Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

165. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT
MIT 16 ABBILDUNGEN IM TEXT
(ABGESCHLOSSEN AM 27. JANUAR 1959)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1959

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 165 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen Seite

Jentzsch, D., und G. Bergmann, Untersuchungen über die Beziehungen zwischen gaschromatographischen Retentionsverhältnissen und Dampfdruckverhältnissen. I. Aromatische Kohlenwasserstoffe. Mit 7 Textabbildungen 401

Abd el Raheem, A. A., and Abdel-Aziz Amin, Omega Chrome Black PPV, a New Metal Indicator 416

Agterdenbos, J., Y. C. de Wijs und J. E. Ordelman, Aufschluß von Bariumsulfat mit Chlorwasserstoffgas und Bestimmung des Bariums durch Titration des gebildeten Chlorids 421

Ceauşescu, D., Schnellbestimmung von Sulfat-, Chlorid- und Nitration im Wasser in einer Probe 424

Pietsch, R., Ein Beitrag zur Aufarbeitung von Jodrückständen. Mit 1 Textabbildung 429

Rao, G. Gopala, and G. Somidevamma, Volumetric Determination of Iron (III) with Hydroxylamine as a Reducing Agent 432

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie
Dortmund-Aplerbeck

Untersuchungen über die Beziehungen zwischen gaschromatographischen Retentionsverhältnissen und Dampfdruckverhältnissen

I. Aromatische Kohlenwasserstoffe

Von
D. Jentzsch und G. Bergmann

Mit 7 Textabbildungen

(Eingegangen am 8. August 1958)

1. Einleitung

Wir hatten bereits früher[1] an Hand von Untersuchungen an Phenolen und Phenoläthern auf die Beziehungen zwischen gaschromatographischen Retentionsverhältnissen und Dampfdruckverhältnissen hingewiesen. Für die gaschromatographische Analyse von Substanzgruppen ist diese Beziehung besonders deshalb von Interesse, weil man so Aussagen über den zu erwartenden Trenneffekt machen kann. Kennt man die Temperaturabhängigkeit der Retentionsverhältnisse, so läßt sich die Arbeitstemperatur wählen, bei der in Verbindung mit erträglichen Halb- und Zehntelwertsbreiten ein maximaler Trenneffekt zwischen den zu trennenden Komponenten erreicht wird. Ist die intermolekulare Wechselwirkung zwischen stationärer Phase und den einzelnen Komponenten etwa gleich der Wechselwirkung der Moleküle der einzelnen Substanzen im kondensierten Zustand, so erfolgt die gaschromatographisch beobachtete Trennung nur nach den Dampfdruckunterschieden. Ist dies der Fall, so sollten die gaschromatographischen Retentionsverhältnisse aus Dampfdruckverhältnissen berechenbar sein.

Zur Bestätigung dieser Annahme wurde daher von einer Substanzgruppe die Temperaturabhängigkeit der Retentionsverhältnisse gemessen und mit den nach verschiedenen Formeln berechneten Dampfdruckverhältnissen verglichen.

2. Arbeitsweise

Methode und Arbeitsweise der Gaschromatographie wurden bereits häufig in der Literatur beschrieben, so daß hier darauf verwiesen werden kann[3]. Für unsere Messungen wurde ein handelsüblicher Gaschromatograph (Modell GC2, Beckman) in Verbindung mit einem 1 mV-Kompensationsschreiber (Speedomax, Leeds u. Northrup) verwendet. Als Trägergas diente Helium. Die verwendete spiralförmige Säule hatte eine Länge von 1,80 m und war mit Siliconöl auf „Celite" als stationärer Phase gefüllt.

Die Messungen wurden mit den aromatischen Kohlenwasserstoffen C_7—C_9 durchgeführt. Die Retentionszeiten von Toluol, m-Xylol, o-Xylol, Mesitylen (1,3,5-Trimethylbenzol) und Pseudocumol (1,2,4-Trimethylbenzol) wurden bei den Arbeitstemperaturen 130, 160, 190 und 220° C

Tabelle 1. *Zusammenstellung der gemessenen Retentionsverhältnisse für die untersuchten Substanzen in Abhängigkeit von der Arbeitstemperatur*

Substanz	Siedepunkt		Retentionsverhältnis q			
	°C	°K	130° C (403° K)	160° C (433° K)	190° C (463° K)	220° C (493° K)
Toluol	110,625	383,785	0,43	0,49	0,56	0,61
m-Xylol . . .	139,103	412,263	0,81	0,86	0,91	0,89
o-Xylol . . .	144,411	417,571	1,00	1,00	1,00	1,00
Mesitylen . .	164,716	437,876	1,50	1,47	1,37	1,30
Pseudocumol .	169,351	442,511	1,79	1,73	1,60	1,49

gemessen. Aus den Retentionszeiten t_i der einzelnen Komponenten und der Retentionszeit t_s des als Standard gewählten o-Xylols wurden die Retentionsverhältnisse q_i nach Gl. (1) errechnet:

$$q_i = t_i/t_s. \tag{1}$$

Die so erhaltenen Ergebnisse sind mit den Siedetemperaturen[4] der einzelnen Komponenten in Tab. 1 zusammengestellt.

3. Diskussion der zur Berechnung der Dampfdruckverhältnisse zur Verfügung stehenden Gleichungen

Für den beabsichtigten Vergleich zwischen Dampfdruckverhältnissen und Retentionsverhältnissen bei verschiedenen Arbeitstemperaturen müssen die entsprechenden Dampfdrucke möglichst genau berechnet werden.

Setzt man in der Clausius-Clapeyronschen Gleichung

$$\log p_i = \frac{1}{m R} \int \frac{L_i}{T^2}\, dT \tag{2}$$

die Verdampfungsenthalpie L_i als konstant an, so läßt sich die Integration über die Temperatur einfach ausführen:

$$\log p_i = -\frac{L_{i0}}{mRT} + A_i' \qquad \begin{matrix} m = 2{,}3026 \\ A_i' = \text{Integrationskonstante.} \end{matrix} \tag{3}$$

Jene Voraussetzung gilt jedoch nur in erster Näherung. Eine bessere Näherung erhält man, wenn man bei der Integration die Temperaturabhängigkeit von L berücksichtigt. Der Verlauf der Verdampfungsenthalpie L ist nur selten über das ganze Temperaturgebiet bekannt. Da man jedoch den Dampfdruck bei einigen ausgezeichneten Punkten (Siedepunkt) kennt, läßt sich $\log p$ in der Umgebung eines solchen

Punktes mit Hilfe einer einfachen, in einem begrenzten Temperaturintervall gültigen Funktion für L berechnen. Hierzu kann z. B. eine empirische Beziehung benutzt werden, die im Druckintervall 30—760 mm die Verdampfungsenthalpie als eine lineare Funktion der Temperatur beschreibt:

$$L_i = D_i - E_i\, T \tag{4}$$

D_i, E_i empirische individuelle Konstanten*.

Eine andere Näherungslösung, die „Antoinesche Gleichung", bedient sich zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit des Dampfdruckes dreier Konstanten, die implizit die Temperaturabhängigkeit der Verdampfungsenthalpie enthalten:

$$\log p_i = -\frac{B_i}{C_i + t} + A_i = -\frac{B_i}{\vartheta_i} + A_i \tag{5}$$

A_i, B_i und C_i substanzspezifische Konstanten,
t Temperatur in °C,
$\vartheta_i \equiv C_i + t$.

A. Im folgenden sind die Dampfdruckverhältnisse sowohl nach der Antoineschen Gleichung als auch nach Clausius-Clapeyron mit konstanter Siedeenthalpie und mit der Verdampfungsenthalpie bei der Arbeitstemperatur berechnet worden. Der Logarithmus des Dampfdruckverhältnisses für eine Standardsubstanz st und eine Komponente i ergibt sich aus der Antoineschen Gl. (5):

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = \frac{B_i}{C_i + t_A} - \frac{B_{st}}{C_{st} + t_A} + (A_{st} - A_i). \tag{6}$$

Für graphische Darstellungen ist es zweckmäßig, die Konstanten A_i und A_{st} durch die Bedingungen am Siedepunkt auszudrücken:

$$A_i = \log p_{s,i} + \frac{B_i}{C_i + t_{s,i}} = \log p_{s,i} + \frac{B_i}{\vartheta_{s,i}}. \tag{7}$$

$t_{s,i}$ Siedetemperatur der Komponente i.

Setzt man dies in Gl. (6) ein unter Berücksichtigung, daß $p_{s,i} = p_{s,st}$ ist, so folgt:

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = B_i\left(\frac{1}{C_i + t_A} - \frac{1}{C_i + t_{s,i}}\right) - B_{st}\left(\frac{1}{C_{st} + t_A} - \frac{1}{C_{st} + t_{s,st}}\right)$$

$$= B_i\left(\frac{1}{\vartheta_{A,i}} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}}\right) - B_{st}\left(\frac{1}{\vartheta_{A,st}} - \frac{1}{\vartheta_{s,st}}\right). \tag{8}$$

* Angaben für D_i und E_i finden sich bei Dreisbach[4]. Aus den dort gegebenen Wertepaaren d_i, e_i für die spezifische Enthalpie und °Celsius erhält man D_i und E_i nach:
$D_i = M_i\,(d_i + e_i\,273{,}16)$
$E_i = e_i M_i$
(M_i Molgewicht der Komponente i).

Die Bezeichnung t_A ist gewählt worden, um hervorzuheben, daß es sich um die Arbeitstemperatur (°C) des Gaschromatographen handelt, für die das Dampfdruckverhältnis gesucht ist.

Die nach dieser Gleichung berechneten Werte sind in Tab. 2 (S. 406), Zeile 1, zusammengestellt.

Innerhalb „chemisch ähnlicher" Substanzgruppen, wie z. B. in Isomeren- oder Homologenreihen variieren die Konstanten C_i der Komponenten um etwa $\pm 5\%$. Es schien deshalb der Versuch vertretbar, eine mittlere Konstante C_m zu verwenden. Mit

$$\vartheta_{A,i} = \vartheta_{A,st} = \vartheta_A = C_m + t_A \tag{9}$$

erhält man nämlich aus Gl. (8):

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = B_i \left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}} \right) - B_{st} \left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,st}} \right) \tag{10}$$

oder — anders geordnet —

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = (B_i - B_{st}) \left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}} \right) + B_{st} \left(\frac{1}{\vartheta_{s,st}} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}} \right). \tag{11}$$

Die nach Gl. (10) berechneten Dampfdruckverhältnisse sind in Tab. 2, Zeile 2, aufgeführt.

Betrachtet man nun $\log \frac{p_{st}}{p_i}$ als Funktion von $\left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{,i}} \right)$, so ergibt sich:

Für die Untersuchung von Dampfdruckverhältnissen *verschiedener* Substanzen (variables $\vartheta_{s,i}$) bei *einer* Arbeitstemperatur ist in Gl. (10) der zweite Term konstant, während im Argument nur $\vartheta_{s,i}$ variiert. Für die Betrachtung *einer* Substanz bei *verschiedenen* Arbeitstemperaturen (variables ϑ_A) ist der zweite Term in Gl. (11) konstant, während das Argument nun mit ϑ_A variiert. Die beiden Gleichungen erlauben also die Darstellung von Dampfdruckverhältnissen in Abhängigkeit von verschiedenen Parametern im gleichen System. Dies ist insbesondere für graphische Auswertungen von Nutzen.

Es ist nicht erforderlich und nicht zweckmäßig, auch für die Berechnung der $\vartheta_{s,i}$- und $\vartheta_{s,st}$-Werte den Mittelwert C_m zu verwenden, da dann der individuelle Charakter der Antoineschen Gleichung für die einzelnen Komponenten verlorenginge.

B. Für zahlreiche Verbindungen, die gaschromatographisch untersucht werden, stehen die Konstanten der Antoineschen Gleichung nicht oder nur in einem beschränkten Temperaturintervall zur Verfügung. In solchen Fällen muß die Dampfdruckformel nach Clausius-Clapeyron zur Berechnung der gewünschten Dampfdruckverhältnisse herangezogen werden [Gl. (2), S. 402]. Für kleine Temperaturintervalle, in denen man die

Verdampfungsenthalpie L_i konstant setzen oder einen Mittelwert $\bar{L}_i$ verwenden kann, ergibt sich daraus durch Integration zwischen T_1 und T_2

$$\log \frac{p_{1,i}}{p_{2,i}} = -\frac{L_i}{mR}\left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right). \tag{12}$$

Setzt man T_2 gleich der Siedetemperatur T_s, so wird $p_{2,i} = p_{s,i}$. Mit $T_1 = T_A = t_A + 273{,}16$ erhält man

$$\log \frac{p_i}{p_s} = -\frac{L_i}{mR}\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,i}}\right). \tag{13}$$

Für das Dampfdruckverhältnis zwischen Standard *st* und Komponente *i* ergibt sich dann ($p_{s,1} = p_{s,2}$)

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = \frac{1}{mR}\left[L_i\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,i}}\right) - L_{st}\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,st}}\right)\right]. \tag{14}$$

Die hiernach berechneten Werte sind in Tab. 2, Zeile 3, aufgeführt.

Nach anderem Ordnen der Gl. (14) erhält man in Analogie zu Gl. (11):

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = \frac{1}{mR}\left[(L_i - L_{st})\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,i}}\right) + L_{st}\left(\frac{1}{T_{s,st}} - \frac{1}{T_{s,i}}\right)\right]. \tag{15}$$

Die Verwendbarkeit dieser Formel wird beim Einsetzen einer konstanten Verdampfungsenthalpie auf ein kleines Temperaturintervall beschränkt. Man erhält also brauchbare Werte, wenn $T_A \approx T_{s,i}$ ist. Das setzt allerdings weiterhin voraus, daß auch $T_{s,i} \approx T_{s,st}$ ist, was in den behandelten Substanzgruppen praktisch nur für Stellungsisomere gilt.

Weicht die Arbeitstemperatur T_A von den Siedetemperaturen ab, so empfiehlt es sich, Verdampfungsenthalpien für die Komponente *i* und den Standard *st* einzusetzen, die dieser Arbeitstemperatur entsprechen. Gl. (14) schreibt sich dann

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = \frac{1}{mR} L_{i,T_A}\left[\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,i}}\right) - L_{st,T_A}\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,st}}\right)\right]. \tag{14a}$$

Hierzu wird auf Tab. 2, Zeile 4, verwiesen.

C. Benutzt man für L_i die Näherung der Gl. (4), so erhält man

$$\log \frac{p_i}{p_{s,i}} = \frac{-1}{mR}\int_T^{T_s} \frac{D_i - E_i T}{T^2}\,dT = \frac{-1}{mR}\left(D_i \int_T^{T_s} \frac{dT}{T^2} - E_i \int_T^{T_s} \frac{dT}{T}\right). \tag{16}$$

Unter Beschränkung auf den Gültigkeitsbereich der Konstanten D und E ergibt die Integration:

$$\log \frac{p_{s,i}}{p_s} = -\frac{1}{R}\left[\frac{D_i}{m}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{s,i}}\right) + E_i \log \frac{T}{T_{s,i}}\right] + \text{const.} \tag{17}$$

Bezieht man auf den Dampfdruck der Standardsubstanz, so ergibt sich für $T = T_A$:

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = \frac{1}{R}\left\{\left[\frac{D_i}{m}\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,i}}\right) + E_i \log \frac{T_A}{T_{s,i}}\right] - \left[\frac{D_{st}}{m}\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,st}}\right) + E_{st} \log \frac{T_A}{T_{s,st}}\right]\right\}. \tag{18}$$

Tabelle 2. *Übersicht über die nach verschiedenen Gleichungen berechneten Dampfdruckverhältnisse und die gemessenen Retentionsverhältnisse q bei verschiedenen Arbeitstemperaturen*

Standard: o-Xylol

Berechnet nach Gleichung	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol
(6), (8)	0,40	0,86	1,80	2,05	0,44	0,88	1,68	1,89	0,47	0,88	1,58	1,78	(0,51)	(0,89)	(1,51)	1,68
(10)	0,46	0,90	1,59	1,75	0,50	0,91	1,51	1,66	0,53	0,91	1,45	1,58	(0,55)	(0,91)	(1,39)	1,52
(14)	0,41	0,87	1,72	1,93	0,44	0,88	1,65	1,84	0,47	0,88	1,58	1,77	0,50	0,89	1,53	1,70
(14a)	0,42	0,87	1,80	2,06	(0,48)	(0,88)	1,63	1,83		(0,90)	(1,50)	1,66				
(18)	0,42	0,87	1,76	2,00	(0,46)	(0,88)	1,64	1,84		(0,89)	(1,54)	1,72		(0,90)	(1,47)	(1,62)
(19)	0,41	0,87	1,71	1,93	0,44	0,88	1,65	1,84	0,46	0,89	1,59	1,77	0,48	0,89	1,54	1,71
Gemessenes Ret.-Verh. q	0,43	0,81	1,50	1,79	0,49	0,86	1,47	1,73	0,56	0,91	1,37	1,60	0,61	0,89	1,30	1,49
Arb.-Temp. t_A	130°C				160°C				190°C				220°C			

(Die in Klammern angegebenen Werte liegen bezüglich der Arbeitstemperatur außerhalb des Gültigkeitsbereiches der Konstanten, die zur Berechnung der Verdampfungsenthalpie verwendet werden.)

Die nach dieser Gleichung berechneten Werte, die also mit der bei der entsprechenden Arbeitstemperatur gültigen Verdampfungsenthalpie erhalten wurden, sind in Tab. 2, Zeile 5, zusammengestellt.

D. Läßt sich auf die untersuchten Substanzen die Pictet-Troutonsche Regel von der Konstanz der Siedeentropien anwenden, so vereinfacht sich die Berechnung der Dampfdruckverhältnisse nach Gl. (14):

$$\log \frac{p_{st}}{p_i} = \frac{\bar{K}_s}{m R T_A} (T_{s'i} - T_{s,st}) \qquad (19)$$

$\bar{K}_s = \frac{\bar{L}_s}{T_s}$ Pictet-Troutonsche Konstante der Substanzgruppe

Die danach errechneten Werte sind in Tab. 2, Zeile 6, enthalten.

4. Vergleich der berechneten Dampfdruckverhältnisse mit den gemessenen Retentionsverhältnissen

Schon aus Tab. 1 ist zu erkennen, daß die Substanzen — wie zu erwarten — in der Reihenfolge ihrer Siedepunkte, d. h. also in der Folge abnehmenden Dampfdruckes aus der

Säule austreten. Dieser zunächst rein qualitative Befund wird nun im folgenden mit den in den Tab. 2 und 3 zusammengestellten Werten quantitativ diskutiert.

In Tab. 2 sind die nach den einzelnen Gleichungen für die verschiedenen Arbeitstemperaturen errechneten Dampfdruckverhältnisse den gemessnen Retentionsverhältnissen gegenübergestellt.

Tab. 3 enthält die relativen Abweichungen Δ, bezogen auf die berechneten Werte:

$$\Delta_j\,(\%) = \frac{\frac{p_{st}}{p_t} - q_t}{\frac{p_{st}}{p_t}} \cdot 100 = \delta \cdot 100. \qquad (20)$$

Ein grober Überblick zeigt, daß die gemessenen Retentionsverhältnisse mit den nach den verschiedenen Gleichungen berechneten Dampfdruckverhältnissen im allgemeinen gut übereinstimmen. Bei näherer Betrachtung sind jedoch Unterschiede in den Abweichungen zu erkennen. Ihre Größe variiert naturgemäß mit den angewendeten Gleichungen, mit der gewählten Arbeitstemperatur und der betrachteten Komponente.

Vergleicht man die relativen Abweichungen (Tab. 3), so fällt auf, daß diese nach

Tabelle 3. *Übersicht über die relativen Abweichungen in Prozent zwischen berechneten Dampfdruckverhältnissen und gemessenen Retentionsverhältnissen bei verschiedenen Arbeitstemperaturen*

Berechnet nach Gleichung	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol	Toluol	m-Xylol	Mesitylen	Pseudocumol
Arb.-Temp. t_A	130° C				160° C				190° C				220° C			
(6), (8)	+7,5	−5,8	−16,7	−12,7	+11,4	−2,3	−12,5	−8,5	+19,1	+3,4	−13,3	−10,1	(+19,6)	(±0,0)	(−13,9)	−11,3
(10)	−6,5	−10,0	− 5,7	+ 2,3	− 2,0	−5,5	− 2,6	+4,2	+ 5,7	±0,0	−5,5	+1,2	(+10,9)	(−2,2)	(−6,5)	−2,0
(14)	+4,9	−6,9	−12,8	− 7,8	+11,4	−2,3	−10,9	−6,0	+19,1	+3,4	−13,3	−9,6	+ 22,0	±0,0	−15,0	−12,4
(14a)	+2,4	−6,9	−16,7	−13,1	(+2,1)	(−2,3)	− 9,8	−5,5		(+1,1)	(− 8,7)	−3,6				
(18)	+2,4	−6,9	−14,8	−10,5	(+6,5)	(−2,3)	−10,4	−6,0		(+2,2)	(−11,0)	−7,0		(−1,1)	(−11,6)	(−8,0)
(19)	+4,9	−6,9	−12,3	− 7,3	+11,4	−2,3	−10,9	−6,0	+21,7	+2,2	−13,8	−9,6	+27,1	±0,0	−15,6	−12,9

(Die in Klammern angegebenen Werte liegen bezüglich der Arbeitstemperatur außerhalb des Gültigkeitsbereiches der Konstanten, die zur Berechnung der Verdampfungsenthalpie verwendet werden.)

allen Berechnungen bei einer Arbeitstemperatur von 160° C am kleinsten sind. Dies geht auch aus der graphischen Darstellung der mittleren Abweichungen (Wurzel der Quadratsummen), summiert für die Substanzen m-Xylol, Mesitylen, Pseudocumol) hervor (vgl. Abb. 1).

Für die Genauigkeit der Berechnung eines Dampfdruckverhältnisses ist entscheidend, daß die Verdampfungsenthalpien und ihre Temperaturabhängigkeiten genau bekannt sind. Dies ist im allgemeinen am besten für die Siedepunkte erfüllt. Benutzt man also die Siedeenthalpien, so wird man für eine Arbeitstemperatur, die der Siedetemperatur aller Komponenten am nächsten liegt, die geringsten Abweichungen von den gemessenen Werten erhalten. Das gilt im vorliegenden Fall für $t_A = 160°C$, mit Ausnahme der Werte von Toluol, für das wegen des niedrigen Siedepunktes die geringsten Abweichungen bei 130° C gefunden werden.

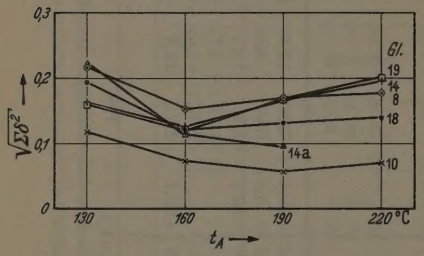

Abb. 1. Abweichungen als Funktion der Arbeitstemperatur t_A (°C) für Berechnungen nach verschiedenen Gleichungen $(\sqrt{\Sigma\delta^2})$

Soll also für eine Arbeitstemperatur, die den Siedetemperaturen der Komponenten und des Standards *benachbart* ist, aus Dampfdruckverhältnissen auf Retentionsverhältnisse geschlossen werden, so können dazu in guter Näherung durchaus die Gleichungen herangezogen werden, in die die *Siede*enthalpien eingesetzt werden, wie z. B. die Gl. (14) und (19). Bei anderen Temperaturen versagen diese wegen der unzulässigen Verwendung der Siedeenthalpie. Die Abweichungen steigen schnell bis über 20% an.

Für ein größeres Temperaturintervall sind die Gl. (8), (10) und (18) anzuwenden, die die Änderung der Verdampfungsenthalpie mit der Temperatur berücksichtigen. Zu ähnlichen Ergebnissen führt die Näherung der Gl. (14a), bei der die für die jeweilige Arbeitstemperatur gültigen, aus der Temperaturabhängigkeit berechneten Verdampfungsenthalpien eingesetzt sind.

Ein Vergleich der mit den Gl. (14) und (19) erhaltenen Ergebnisse zeigt, daß die einzelnen Abweichungen praktisch identisch sind, d. h., die Voraussetzung für die Anwendung der Pictet-Troutonschen Regel, die Konstanz der Siedeentropien, ist erfüllt.

Für die Diskussion der unter diesen Voraussetzungen für eine Komponente verbleibenden mittleren Abweichung zwischen dem berechneten Dampfdruckverhältnis und dem gemessenen Retentionsverhältnis hat man den Einfluß unterschiedlicher Aktivitätskoeffizienten zu berück-

sichtigen, indem man die Gleichung nach CONSDEN, GORDON u. MARTIN[2], JAMES u. MARTIN[6] sowie HERINGTON[5]

$$\log q \approx \log \frac{p_{st}}{p_i} + \log \frac{\gamma_i}{\gamma_{st}} \tag{21}$$

heranzieht. Danach kann eine völlige Übereinstimmung zwischen $\log q$ und $\log p_{st}/p_i$ nur dann bestehen, wenn die Aktivitätskoeffizienten gleich sind. Die bei 160° C beobachteten Abweichungen (*m*-Xylol — 2,8%, Mesitylen — 10,9%, Pseudocumol — 6.4%) müssen also auf Unterschiede in den Aktivitätskoeffizienten zurückgeführt werden. Die so bei einer Temperatur ermittelten Abweichungen können zur Korrektur bei anderen Arbeitstemperaturen Verwendung finden.

Insgesamt zeigt der Vergleich zwischen Dampfdruck- und Retentionsverhältnissen, daß der Einfluß des zweiten Termes in Gl. (21), der durch die Aktivitätskoeffizienten bestimmt wird, relativ gering ist. Für praktische Zwecke dürfte die Übereinstimmung zwischen berechneten Dampfdruckverhältnissen und gemessenen Retentionsverhältnissen befriedigend sein. Es sei jedoch darauf hingewiesen, daß eine solche Übereinstimmung der Aktivitätskoeffizienten nur für Isomeren- und Homologenreihen zu erwarten ist.

5. Graphische Darstellungen gaschromatographischer Ergebnisse

Unter Berücksichtigung der Proportionalität von Dampfdruck- und Retentionsverhältnissen können bei sinnvoller Wahl der unabhängigen Veränderlichen Nomogramme erhalten werden, die aus wenigen Meßergebnissen die Abschätzung von Retentionsverhältnissen bei anderen Versuchsbedingungen erlauben.

Häufig wird der Logarithmus der Retentionsverhältnisse als Funktion der absoluten Siedetemperaturen der Komponenten aufgetragen. Dies ist eine praktische Anwendung der Gl. (19). Unter Vernachlässigung des zweiten Termes in Gl. (21) ergibt sich aus Gl. (19) die Gl. (22):

$$\log q \approx \log \frac{p_{st}}{p_i} = \frac{\bar{K}_s}{mR\,T_A}\,T_{s,i} - \frac{\bar{K}_s}{mR\,T_A}\,T_{s,st}. \tag{22}$$

Sie ist — für eine vorgegebene Temperatur T_A — linear in $T_{s,i}$ mit der Neigung

$$a = \frac{\bar{K}_s}{mR\,T_A} \tag{23}$$

und dem Achsenabschnitt

$$b = -\frac{\bar{K}_s}{mR\,T_A}\,T_{s,st}. \tag{24}$$

Die Geraden für verschiedene Arbeitstemperaturen schneiden die Abszisse bei der Siedetemperatur $T_{s,st}$ des Standards ($q = 1$).

Durch Anwendung einer einfachen Koordinatentransformation kann die Geradenschar daher leicht in eine Parallelenschar verwandelt werden. Hierzu führt man als neue Koordinaten ein

$$\log \xi = \log (T_{s,i} - T_{s,st})$$
$$\log \eta = \log \log q$$

und trägt $\log \eta$ als Funktion von $\log \xi$ auf. Mit Vorteil kann ein doppellogarithmisches Netz verwendet werden, das ein Logarithmieren von η und ξ erübrigt. Abb. 2 und 3 zeigen für die hier untersuchten Kohlenwasserstoffe beide Darstellungsmöglichkeiten.

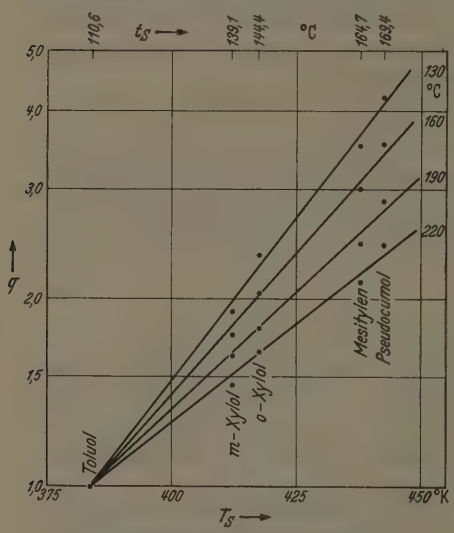

Abb. 2. Logarithmus des Retentionsverhältnisses q als Funktion der abs. Siedetemperatur T_s für verschiedene Arbeitstemperaturen

Will man die Retentionsverhältnisse als Funktion der Arbeitstemperatur darstellen, so trägt man $\log q$ gegen $\frac{1}{T_s}$ auf. Nach Gl. (19) erhält man eine Geradenschar durch den Ursprung mit der substanzabhängigen Neigung

$$a' = \frac{\bar{K}_s}{mR} (T_{s,i} - T_{s,st}) \quad (25)$$

Sind von vornherein innerhalb einer Untersuchungsreihe Messungen bei verschiedenen Arbeitstemperaturen beabsichtigt oder notwendig, so empfiehlt sich eine Darstellung unter Zugrundelegung der Antoineschen oder Clausius-Clapeyronschen Gleichung. Man trägt $\log q$ als Funktion von

$$\left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}}\right) \text{ bzw. } \left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,i}}\right)$$

auf. Hierdurch wird eine Darstellung der Retentionsverhältnisse verschiedener Komponenten bei gleicher Arbietstemperatur [Gl. (10), (14)] und der Retentionsverhältnisse einer bestimmten Komponente bei verschiedenen Arbeitstemperaturen in einem Diagramm [Gl. (11), (15)] möglich:

Wie man aus Abb. 4 ersehen kann, ergeben sich zwei Geradenscharen. Die eine, steilere, enthält die Isothermen der Retentionsverhältnisse für die einzelnen untersuchten Substanzen (t_A = const.). Die Geraden der

anderen Schar stellen die Temperaturabhängigkeit des Retentionsverhältnisses jeweils einer Substanz dar.

Wie in den Tab. 2 und 3 ist die Übereinstimmung zwischen den berechneten Dampfdruckverhältnissen (ausgezogene Linien und Kreise) und den gemessenen Retentionsverhältnissen (eingetragen als Punkte) befriedigend.

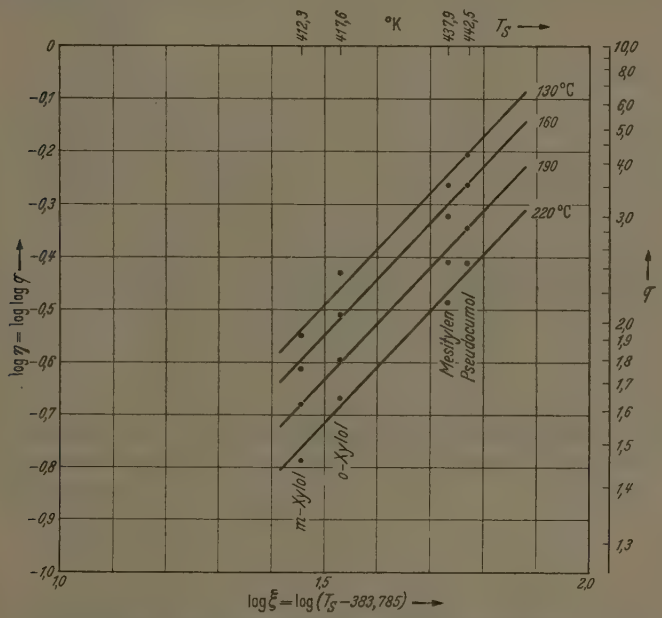

Abb. 3. Umwandlung des Strahlenbündels von Abb. 2 in eine Parallelenschar durch Koordinatentransformation. $\log \eta = \log \log q$ als Funktion von $\log \xi = \log (T_{s,i} - T_{s,st})$

Man erkennt weiterhin, daß für die Isothermen ein Pol angenommen werden kann. Die praktische Bedeutung solcher Diagramme liegt darin, daß nach Festlegung des Poles die Messung des Retentionsverhältnisses einer Substanz bei einer bestimmten Temperatur genügt, um die Isotherme für die ganze Substanzgruppe graphisch zu ermitteln. Hierbei kann man noch berücksichtigen, daß die Abszissenabschnitte ($\log q = 0$) der Isothermen aus Arbeitstemperatur und Siedetemperatur des Standards bekannt sind.

Mit den Koordinaten des Poles, im vorliegenden Falle

$$x_s = 2{,}21 \cdot 10^{-3}\ (\text{Grad}^{-1})$$
$$\log y_s = 3{,}079,$$

gelingt — wieder mit Hilfe einer einfachen Koordinatentransformation — die Umwandlung der Isothermen in eine Schar paralleler Geraden.

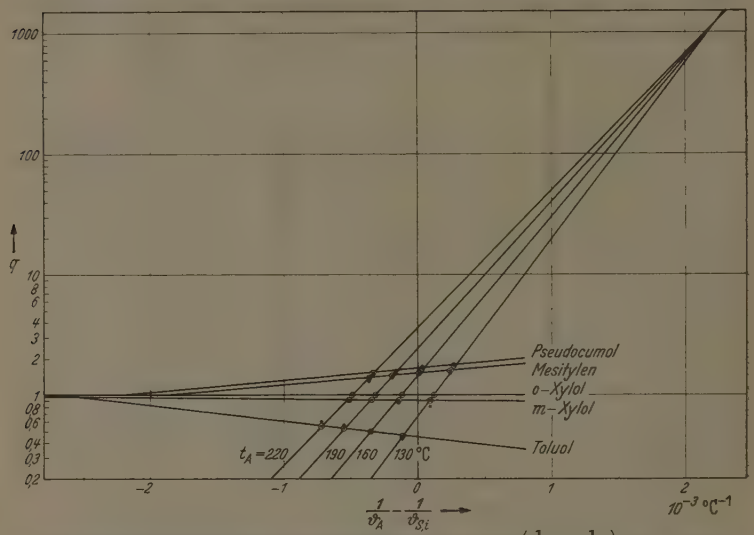

Abb. 4. Logarithmus des Retentionsverhältnisses q als Funktion von $\left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}}\right)$ (°C^{-1}) nach den G.l (10) und (11). Berechnete Dampfdruckverhältnisse ⊙, gemessene Retentionsverhältnisse ●

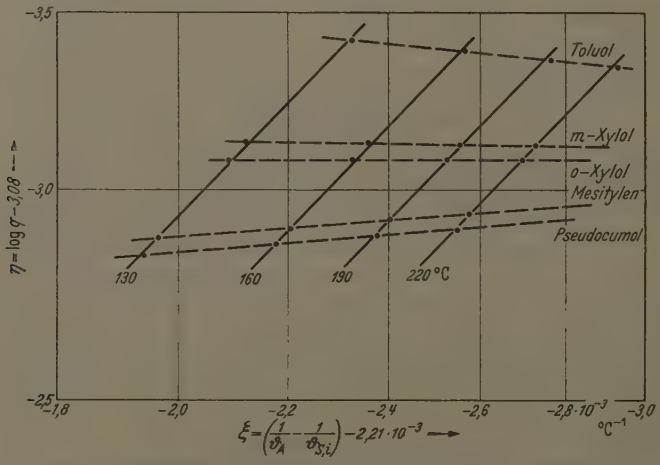

Abb. 5. Umwandlung des Strahlenbündels von Abb. 4 in eine Parallelenschar durch Koordinatentransformation.

$\log \eta' = \log q - 3{,}08$ als Funktion von $\log \xi' = \log \left[\left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}}\right) - 2{,}21 \cdot 10^{-3}\right]$

Man setzt

$$\xi' = \left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}}\right) - x_s$$

$$\eta' = \log q - \log y_s$$

und trägt $\log \eta'$ als Funktion von $\log \xi'$ auf (vgl. Abb. 5).

Ähnliche Transformationen ergeben sich für die Gl. (14) und (15).

6. Anwendungen

Die Ergebnisse der durchgeführten Rechnungen und Messungen gestatten, für die praktische Arbeit einige Richtlinien aufzustellen.

Für die Festlegung optimaler Arbeitsbedingungen (Arbeitstemperatur, Standard) ist die Berechnung der Retentionsverhältnisse aus thermodynamischen Daten von Interesse. Wenn die Dampfdrucke der einzelnen Komponenten bei den entsprechenden Arbeitstemperaturen aus Tabellen entnommen oder nach einer der oben gegebenen Gleichungen berechnet werden können, genügt es zur graphischen Ermittlung der Retentionsverhältnisse, $\log q$ als Funktion von $\log p_{st}/p_i$ darzustellen.

Hierbei resultieren nach Gl. (21) Gerade mit der Neigung 1 und dem Achsenabschnitt $\log \gamma_{st}/\gamma_i$, man vergleiche hierzu Abb. 6. Mit der vorgegebenen Neigung sollte es so möglich sein, aus dem berechneten Dampfdruckverhältnis und den unter vernünftigen Arbeitsbedingungen gemessenen Retentionsverhältnissen das Aktivitätskoeffizientenverhältnis eines Substanzpaares für eine bestimmte stationäre Phase graphisch zu extrapolieren.

Eine Umwandlung der Gl. (21)

$$\log q \approx -\log p_i + (\log p_{st} + \log \gamma_{st}/\gamma_t) \tag{26}$$

zeigt, daß bereits die Darstellung von $\log q$ als Funktion von $\log p_i$ ein brauchbares Diagramm liefert, dessen Abszissenunterteilung jetzt allgemein gültig ist. Die Gerade hat die Neigung -1 und den Achsenabschnitt $\log p_{st} + \log \gamma_{st}/\gamma_i$. Wenn man in erster Näherung den zweiten Summanden vernachlässigt, kann man $\log p_{st}$ auf der Ordinate auftragen und eine Gerade der Neigung -1 durch diesen Punkt ziehen. Mit Hilfe der Dampfdrucke der einzelnen Komponenten bei den entsprechenden Arbeitstemperaturen können so die entsprechenden Retentionsverhältnisse ermittelt werden. Man vergleiche hierzu Abb. 7. Stehen die Dampfdrucke nicht zur Verfügung, können mit Erfolg — wie oben ausführlich gezeigt — die Retentionsverhältnisse z. B. als Funktion der Siedetemperaturen dargestellt werden.

Neben dem Nutzen, der sich für die praktische Arbeit aus den Beziehungen zwischen Retentions- und Dampfdruckverhältnissen ziehen läßt, ergeben sich Vorteile für die Beurteilung der stationären Phasen,

für die nach unserer Meinung zur Zeit ungenügende Vorschläge vorliegen. Das Retentionsverhältnis eines Substanzpaares dafür zu verwenden, erscheint uns wenig günstig. Da sich dieses Verhältnis nach

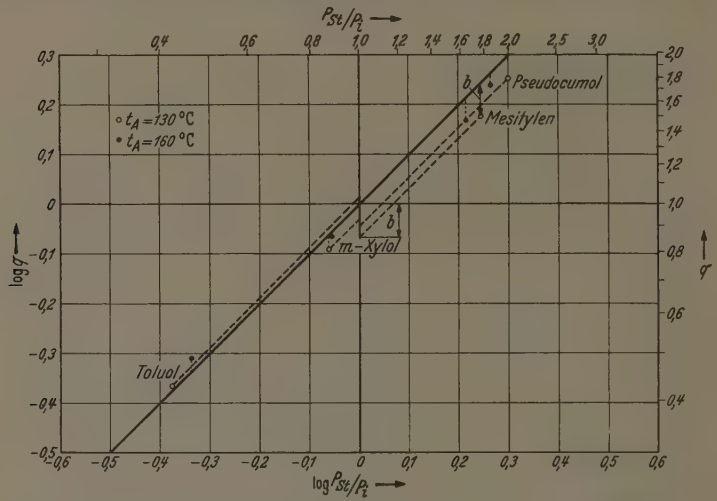

Abb. 6. Logarithmus des Retentionsverhältnisses q als Funktion vom Logarithmus des Dampfdruckverhältnisses $\frac{p_{st}}{p_i}$ nach Gl. (21)

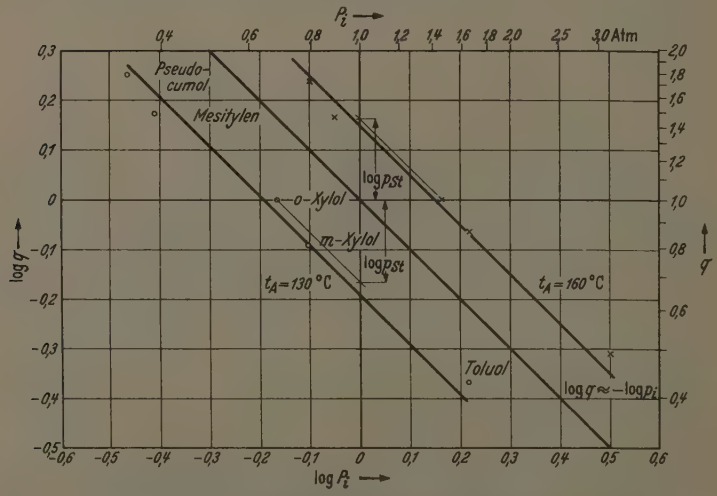

Abb. 7. Logarithmus des Retentionsverhältnisses q als Funktion vom Logarithmus des Dampfdruckes p_i nach Gl. (26)

HERINGTON[5] aus zwei unabhängigen Termen zusammensetzt [der eine Term ist dabei von den Komponenten (Dampfdruckverhältnis), der andere von der stationären Phase (Aktivitätskoeffizientenverhältnis) abhängig], sollte man nur den die Wechselwirkung mit der stationären Phase wiedergebenden zweiten Term zur Charakterisierung dieser Beziehungen heranziehen. Der Quotient aus dem Retentions- und Dampfdruckverhältnis $\frac{q}{p_{st}/p_i}$ bzw. die Differenz der Logarithmen $\log q - \log(p_{st}/p_i)$ sollte also dazu geeignet sein.

Zusammenfassung

Es werden die gaschromatographischen Retentionsverhältnisse von aromatischen Kohlenwasserstoffen bei verschiedenen Arbeitstemperaturen gemessen und mit berechneten Dampfdruckverhältnissen verglichen. Zur Berechnung der Dampfdrucke werden die Formeln nach CLAUSIUS-CLAPEYRON und ANTOINE herangezogen. Der Vergleich zwischen gemessenen und berechneten Werten zeigt, daß in erster Näherung die Retentionsverhältnisse gut mit den Dampfdruckverhältnissen übereinstimmen. Die auftretenden Abweichungen werden mit Hilfe der Heringtonschen Gleichung diskutiert und einem von 1 verschiedenen Aktivitätskoeffizientenverhältnis zugeschrieben. Die Darstellung der $\log q$-Werte als Funktion von $T_{s,i}$, $\frac{1}{T_A}$, $\left(\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{s,i}}\right)$, $\left(\frac{1}{\vartheta_A} - \frac{1}{\vartheta_{s,i}}\right)$, $\log(p_{st}/p_i)$ bzw. $\log p_i$ liefert Diagramme, die wertvolle Dienste sowohl für praktische Auswertungen als auch für theoretische Betrachtungen leisten. Es wird gezeigt, daß bei „chemisch ähnlichen" Substanzen (Isomeren und Homologenreihen) die Retentionsverhältnisse in erster Näherung aus den Dampfdruckverhältnissen berechnet werden können, wenn die Wechselwirkung mit der stationären Phase der intermolekularen Beeinflussung im kondensierten Zustand der reinen Komponente gleichkommt.

Der Fa. Beckman Instruments GmbH., München, danken wir für die freundliche Überlassung des Gaschromatographen zu diesen Messungen.

Literatur

[1] BERGMANN, G., u. D. JENTZSCH: diese Z. **164**, 10 (1958). — [2] CONSDEN, R., A. H. GORDON and A. J. P. MARTIN: Biochemic. J. **38**, 224 (1944); vgl. auch diese Z. **132**, 430 (1951). — [3] DESTY, D. H., and C. L. A. HARBOURN: Vapour Phase Chromatography. London: Butterworths Sci. Publ. 1957. — [4] DREISBACH, R. R.: Physical Properties of Chemical Compounds. Amer. chem. Soc., Washington, 1955. — [5] HERINGTON, E. F. G.: Vapour Phase Chromatography, S. 5. London: Butterworths Sci. Publ. 1957. — [6] JAMES, A. T., and A. J. P. MARTIN: Biochemic. J. **50**, 679 (1952); vgl. diese Z. **142**, 449 (1954).

Dr. D. JENTZSCH und Dr. G. BERGMANN, Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie, Dortmund-Aplerbeck, Marsbruchstr. 186, Bau 1

Ministry of Public Health Labs., and National Research Centre, Cairo, Egypt

Omega Chrome Black PPV, a New Metal Indicator

By

A. A. Abd el Raheem and Abdel-Aziz Amin

(Eingegangen am 27. Juni 1958)

In chelatometric titrations of cations the equivalence point is usually detected by the use of a metal indicator such as Murexide, Eriochrome Black T, as well as many other recent indicators. An elegant review on the use of these metal indicators has been recently published by Barnard, Broad and Flaschka[1].

The present work is a contribution to the study of the behaviour of Omega Chrome Black PPV towards different cations and the practical possibilities of its use as a metal indicator for the detection of the equivalence points of chelatometric titrations of the common cations. This work includes spot tests for the determination of the sensitivity limits of detection of colour change of the indicator in the presence of various cations. The cations chosen for this investigation are: Hg^{2+}, Bi^{3+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Al^{3+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Zn^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}, Mg^{2+}, UO_2^{2+}, Ce^{3+}, Ce^{4+}, Th^{4+}, Zr^{4+} and Pb^{2+}.

Omega Chrome Black PPV is an azo dye produced by Sandoz (Bale). It is also produced by other firms under the different trade names. Chrome Fast Black L and Chrome Black L. According to the entries of the second edition of Colour Index, it is C. I. Mordant Black 39. This dye has an excellent solubility in water and ethanol. The colour of its aqueous solution is reddish brown and is very sensitive to p_H variations. In acidic ranges of p_H the solution attains an intense red colour with a flat maximum absorbance at the wave lengths 530—550 mμ. In the alkaline range of p_H 10 the colour of the solution is dark ultramarine blue and at p_H 8.35 the colour is greyish-blue. The characteristic colour at p_H 10 manifests a maximum absorbance at the wave lengths of 630—650 mμ. The colour transition from red to blue with a gradual increase of p_H from the acid to the alkaline range, makes the indicator suitable for the detection of the equivalenc points of acid-base titrations. This property is however limited because of the sensitivity of the indicator towards cations.

Metal-Dye Complexes

The characteristic colour change of the indicator on the addition of some cations at p_H 10 allows the estimation of these cations with EDTA titrations in the presence of Omega Chrome Black PPV. The titrations

will be only accurate if the stability constant of the metal-dye complex is of a much lower order than that of the metal EDTA complex. Since no data are available for the stability constants of the metal complexes of Omega Chrome Black PPV, it was deemed desirable to determine the colour change of the indicator in the presence of the metal salt solutions and the sensitivity limits of detection of cations.

For this purpose one ml of the metal salt solution was mixed with 2 ml of buffer (p_H 8.35 or 10) and 2 drops of 0.1% aqueous dye solution in a test tube. The formation of any precipitate or any colour change was reported.

Table 1. *Colour Reactions of Metallic Ions with Omega Chrome Black PPV*

Ion	Colour at p_H 8.35	Colour at p_H 10
Al	pink	faint red
Ba	unsensitive	unsensitive
Bi	violet	unsensitive
Ca	violet on boiling only	violet
Cd	unsensitive	red on boiling only
Ce^{2+}	violet	unsensitive
Ce^{4+}	violet	unsensitive
Cu	violet	violet
Hg	faint violet blue	unsensitive
Mg	unsensitive	wine red
Mn	red	red
Ni	wine red	wine red
Pb	violet	unsensitive
Sr	unsensitive	unsensitive
Th	violet on boiling	unsensitive
UO_2^{2+}	faint blue violet	unsensitive
Zn	violet	violet
Zr	red	slight red hue on boiling
Fe^{2+}	destroyed	destroyed
Fe^{3+}	destroyed	destroyed

The results of these experiments are shown in Table 1. At p_H 8.35 the addition of the dye to zinc, manganese, nickel, lead, zirconium, cobalt, cerous, ceric, bismuth, aluminium, ferrous and ferric salt solutions produced a clear colour change from greyish-blue to wine-red or violet. On testing cadmium, thorium, mercury, barium, strontium and thallium with the dye solution the colour remained blue. Solutions of the cations which did not show any colour change with the dye were boiled for one minute. This test showed that thorium salt solution caused a distinct colour change of the dye from greyish-blue to violet, while the rest of the cations caused a very slight red hue.

At p_H 10, aluminium, calcium, cobalt, copper, magnesium, manganese, nickel and zinc salt solutions produced a distinct colour change from ultramarine blue to red or violet on cold, while on boiling cadmium produced

a red colour and zirconium a violet colour. Uranyl salt solution produced a faint reddish tinge.

Barium, cerous, ceric, lead, mercuric, thallium, and thorium produced no colour change. Ferrous and ferric salt solutions caused destruction of the dye.

Since at p_H 10 some metal hydroxides or hydrated oxides are liable to precipitate, the formation of these hydroxides was prevented by a secondary chelating agent. Tartarate ion is suitable for preventing such precipitation.

Sensitivity Limits of Detection of Cations

The metal EDTA complex was prepared by mixing equal volumes of 0.01 M solution of the metal salt under test and 0.01 M EDTA solution, the p_H of the mixture was adjusted to 10 by a buffer. The sensitivity of the detection of equivalence point of EDTA titrations of the various metals using Omega Chrome Black PPV as indicator was determined by mixing 1 microdrop (0.03 ml) of the prepared metal-EDTA solution, and one microdrop of 0.1% aqueous solution of Omega Chrome Black PPV solution on the spot plate. The spot was mixed with a clean platinum wire and the colour produced was reported. In all cases the ultramarine blue colour of the dye practically remained unchanged, except in the case of Co, Cu, Zr, Al, and bismuth where a red or violet colour was developed. A microdrop of the metal salt solution under test was added to the same spot and any colour change was reported. These tests were repeated in the same way but on more diluted solutions. A blank test was always necessary for comparison. The detection limits of cations were then estimated and their corresponding dilution limits were calculated.

Table 2

Sensitivity Limits of Detection of Metallic Ions with Omega Chrome Black PPV

Metal ion	p_H 8.35		p_H 10	
	Detection limit μg	Dilution limit	Detection limit μg	Dilution limit
Co	0.147	$1:2 \cdot 10^5$	0.118	$1:2.5 \cdot 10^5$
Cu	0.032	$1:9.4 \cdot 10^5$	0.038	$1:7.9 \cdot 10^5$
Mg	—	—	0.037	$1:4.1 \cdot 10^5$
Mn	0.055	$1:5.4 \cdot 10^5$	0.055	$1:5.4 \cdot 10^5$
Ni	0.063	$1:4.8 \cdot 10^5$	0.063	$1:4.8 \cdot 10^5$
Zn	0.33	$1:9 \cdot 10^4$	0.26	$1:1 \cdot 10^5$
Zr	4.10	$1:7 \cdot 10^3$	—	—

The results given in Table 2 show that Omega Chrome Black PPV is a suitable indicator for the detection of the equivalence points of EDTA titrations of the cations of Mg^{2+}, Zn^{2+}, Ni^{2+}, and Mn^{2+}.

Determination of Cations

Preliminary titrations of the various cations with EDTA using Omega Chrome Black PPV as indicator have shown that Mg, Zn, and Mn can be directly titrated at p_H 10 on cold. Nickel can be titrated only on boiling

or at p_H 8.35 at about 60° C. Since the indicator does not respond to the presence of cadmium ion at p_H 10 on cold, titration was carried at about 60° C.

The lead tartrate solution at p_H 10 caused no colour change of the dye. On addition of 0.2 ml Mn-EDTA complex to the lead solution, the end point was easily detected.

Reagents

Indicator Powder. 0.1 g of Omega Chrome Black PPV was ground with 10 g of sodium chloride (AR.).

EDTA Solution 0.01 M. Dissolve 3.722 g of reagent grade disodium ethylenediamine tetraacetate dihydrate in water; dilute to one liter with bidistilled water.

Buffer Solution p_H 10. Dissolve 13.5 g of ammonium chloride in water, add 88 ml of concentrated ammonia and dilute with water to 250 ml.

Buffer Solution p_H 8.35. Dissolve 320 g of ammonium acetate and 30 g sodium potassium tartrate in water, add 40 ml 2 N ammonium hydroxide solution and dilute with water to 850 ml.

Metal Salt Solution. Prepare 0.01 M solutions of the various metals from analytical grade reagents. Standardise these solutions against EDTA using Eriochrome Black T or Murexide as indicator according to the usual procedures for the determination of the appropriate cation.

Other Reagents. Ascorbic acid, tartaric acid, potassium cyanide, formaldehyde, and Mn-EDTA.

Procedures

Determination of Mg, Zn, Ni, or Cd. To an aliquot portion of the magnesium or zinc solution add 2 ml of buffer p_H 10 and a few mg of the indicator powder. Titrate on cold with 0.01 M EDTA solution to a colour change from red to ultramarine blue. In case of determination of cadmium or nickel, proceed as before but the titration has to be carried out on hot.

Determination of Manganese. To an aliquot portion of the manganese solution add a few crystals of ascorbic acid, tartaric acid, buffer solution and the indicator powder. Titrate as before on cold.

Determination of Lead. To the lead salt solution, add a drop of a 1% manganese-EDTA solution, tartaric acid, ascorbic acid, buffer, and the indicator powder. Titrate as before.

Determination of Zinc and Manganese Mixture. To the zinc and manganese solution mixture, add ascorbic acid, tartaric acid, the buffer, the indicator powder and a few drops of 3% potassium cyanide solution. Zinc will be masked. Titrate Mn with 0.01 M EDTA solution to a colour change of red to ultramarine blue. Add a few drops of 3% formaldehyde solution, the colour will be changed from blue to red. Titrate zinc with 0.01 M EDTA solution to bring the colour back to blue. Add a drop of the formaldehyde solution, if the colour turns red complete the titration with EDTA solution to a blue colour change. Repeat the addition of a drop of formaldehyde and titration until formaldehyde does not change the blue colour of the solution.

1 ml of 0.01 M EDTA solution is equivalent to 0.2432 mg of Mg, 0.6538 mg of Zn, 0.586 mg of Ni, 1.1241 mg of Cd, 0.5493 mg of Mn or 2.0721 mg of Pb.

Results and Discussion

The results of the representative determination of the various metals given in Table 3 indicate that satisfactory analytical values have been obtained by the given procedures for the various metals. All these metals

Table 3

EDTA Titration of Some Metals Using Omega Chrome Black PPV as Indicator

Metal ion	mg Metal			ml 0.01 M EDTA solution		
	present	found	error	calculated	consumed	error
Mg	0.111	0.111	0.000	0.45	0.45	0.00
	0.248	0.246	0.002	1.02	1.01	0.01
	0.382	0.382	0.000	1.57	1.57	0.00
	0.469	0.474	0.005	1.93	1.95	0.02
Zn	0.339	0.339	0.000	0.52	0.52	0.00
	0.654	0.654	0.000	1.00	1.00	0.00
	1.203	1.196	0.007	1.84	1.83	0.01
	1.308	1.295	0.013	2.00	1.98	0.02
Ni	0.575	0.587	0.012	0.98	1.00	0.02
	0.810	0.810	0.000	1.38	1.38	0.00
	1.209	1.197	0.012	2.06	2.04	0.02
	2.078	2.072	0.006	3.54	3.53	0.01
Cd	0.989	1.000	0.011	0.88	0.87	0.01
	1.506	1.506	0.000	1.34	1.34	0.00
	2.023	2.046	0.023	1.80	1.82	0.02
	2.608	2.630	0.022	2.32	2.34	0.02
Mn	0.385	0.379	0.006	0.70	0.69	0.01
	0.632	0.648	0.016	1.15	1.18	0.03
	1.099	1.110	0.011	2.00	2.02	0.02
	1.472	1.472	0.000	2.68	2.68	0.00
Pb	1.243	1.222	0.021	0.60	0.59	0.01
	2.072	2.072	0.000	1.00	1.00	0.00
	5.180	5.221	0.041	2.50	2.52	0.02
	7.667	7.667	0.000	3.70	3.70	0.00

Table 4. *Titration of Mixture of Zinc and Manganese*

0.01 M solution of metal salt		0.01 M EDTA solution			
ml Mn soln.	ml Zn soln.	for Mn	error	for Zn	error
0.80	10.00	0.80	0.00	9.98	0.02
1.24	10.00	1.23	0.01	10.00	0.00
1.92	10.00	1.93	0.01	10.02	0.02
2.37	10.00	2.37	0.00	9.99	0.01

could be easily titrated in the cold with a sharp end point except cadmium and nickel where the titration should be performed at an elevated temperature.

Owing to the fact that the indicator is not sensitive towards Pb at the working p_H value of 10, use has been made of displacement reaction of Mn-EDTA to obtain an end point of high precision, even when Pb is titrated on cold.

In contrast to eriochrome black T, Omega Chrome Black PPV proved to be a suitable indicator for the EDTA titration of nickel, when the titrations were performed at elevated temperatures (80° C). Moreover the equivalence point of titration using this indicator is easier to detect than when murexide is used.

Results of the determination of manganese and zinc in the same solution (Table 4) using the given procedure are also of high accuracy. The errors obtained were of the magnitude of the usual error in titrimetric procedures, which does not exceed the volume of half a drop of the titrant.

Summary

The use of Omega Chrome Black PPV for the EDTA titration of zinc, manganese, nickel, cadmium, magnesium and lead is described. The sensitivity limits of detection of the equivalence points are determined. The indicator has been found to be suitable in titrations of mixtures of manganese and zinc.

References

[1] Barnard, jr., A. J., W. C. Broad and H. Flaschka: Chemist-Analyst **45**, 86, 111 (1956); **46**, 18, 46, 76 (1957); cf. Z. analyt. Chem. **160**, 143 (1958); **164**, 427 (1958).

Dr. A. A. Abd El Raheem, 39, Falaki Street, Flat 24, Cairo (Egypt)

Aus dem Laboratorium für analytische Chemie der Universität von Amsterdam (Holland)

Aufschluß von Bariumsulfat mit Chlorwasserstoffgas und Bestimmung des Bariums durch Titration des gebildeten Chlorids

Von

J. Agterdenbos, Yvonne C. de Wijs und J. E. Ordelman

(Eingegangen am 20. Oktober 1958)

Der Aufschluß von $BaSO_4$ erfolgt meist durch Schmelzen mit Alkalicarbonat, Ballczo u. Doppler[2] empfehlen die Schmelze mit Metaphosphat. Beide Methoden erfordern ziemlich viel Zeit. Ein weiteres Verfahren beruht auf der Reduktion von $BaSO_4$ zu Sulfid z. B. mit H_2, C oder CO. Dabei werden jedoch die gebräuchlichen Gefäße angegriffen:

Quarz von $BaSO_4$, Platin von C, Porzellan von BaS. Nach Castiel u. Goldstein[5] soll sich das Sulfat mit Ammoniumhalogenid umsetzen. Wir haben das aber nicht reproduzieren können: das Halogenid sublimiert, ehe die Umsetzung vollständig ist. Eine Reaktion nach Caley u. Burford[4] mit HJ wird nur für qualitative Zwecke angewandt. Bei einer kürzlich bekannt gegebenen Methode von Pungor u. Zapf[7] wird das $BaSO_4$ mit SiO_2, HF und HJ quantitativ umgesetzt.

Kleine Mengen Barium kann man komplexometrisch titrieren, und zwar visuell nach Ballczo u. Doppler[2], photometrisch nach Cohen u. Gordon[6]. Eine indirekte Bestimmungsweise durch Fällung als Chromat und photometrische Bestimmung des gebildeten Chromats hat Agterdenbos[1] angegeben. In Gegenwart kleiner Mengen Calcium und Strontium ist nur die letzte Methode brauchbar, die anderen Methoden dürften aber schneller auszuführen sein.

Wir haben versucht, ein bereits von Boussignault[3] angegebenes Aufschlußverfahren für unseren Zweck brauchbar zu machen. Wir bewirken den Aufschluß durch Überleiten von Salzsäuregas bei 1000° C. Das Barium wird anschließend indirekt durch potentiometrische Titration des gebildeten Chlorids mit Silbernitrat bestimmt.

Apparatur und Arbeitsweise

Zum Aufschluß diente eine Quarzröhre von 20 cm Länge und 7 mm innerer Weite, von der 16 cm mit 620 cm Kanthal A-Draht (Durchmesser 0,4 mm) umwickelt waren. Die Wicklung war mit Schamottepulver (5 cm Durchmesser) thermisch isoliert. Ein solcher Ofen kann schnell auf 1000° C gebracht werden und wird dann mit etwa 1,6 A Stromstärke auf dieser Temperatur gehalten. Der Ofen kann bis 1100° C und vielleicht höher erhitzt werden, ohne daß die Wicklung durchbrennt.

Von dem zu untersuchenden Bariumsulfat werden ungefähr 2 mg auf einer automatischen Mikrowaage in ein Platinschiffchen mit einer Bodenfläche von 10×3 mm und einer Höhe von 3 mm eingewogen. Das Schiffchen wird mit einem Porzellanstab in den Ofen geschoben, durch den dann ein regelmäßiger Strom von HCl-Gas geleitet wird. Das Gas wird in einem mit konz. Salzsäure beschickten Kolben entwickelt, in den man langsam konz. Schwefelsäure aus der ausgezogenen Spitze eines Scheidetrichters fließen läßt. Gewisse Verunreinigungen des Bariumsulfats kondensieren während des Aufschlusses am Ende der Quarzröhre als Chloride. Das Schiffchen wird deshalb nach beendeter Operation nach vorn aus der Röhre entfernt. Die Temperatur wird vor und nach dem Aufschluß mit einem geeichten Thermoelement (Pt-PtRh) gemessen. Die Temperatur läßt sich genügend konstant halten. Die Maßlösung befindet sich in einer 2 ml-Mikrobürette (Ablesegenauigkeit 0,001 ml).

Versuche

Ungefähr 2 mg $BaSO_4$ wurden durch HCl-Gas bei 1000° C innerhalb einer $^1/_4$ Std quantitativ in Chlorid umgewandelt. Das Sulfat sollte aber nicht zu grobteilig sein: Teilchen von $1-10\,\mu$ wurden glatt, solche von $5-30\,\mu$ schwer oder nicht umgesetzt. Bei 6 Bestimmungen wurde aus dem Titrationswert die Einwaage berechnet, und der gefundene Wert

mit dem Sollwert verglichen. Wir fanden einen Mittelwert gleich 100% der Einwaage mit einer Streuung (Standardabweichung) von 0,9%. Bei 1100° C ist das gebildete Chlorid deutlich flüchtig: 2 Versuche ergaben, wenn 1 Std erhitzt wurde, Titrationswerte, die um 8% und 10% zu niedrig ausfielen. In 15 min war der Verlust nicht groß (1%, 1 Versuch). In weniger als 15 min war die Umsetzung nicht quantitativ.

Einige Versuche wurden mit $BaSO_4$ ausgeführt, das mit den Sulfaten oder geglühten Oxyden von Eisen, Nickel oder Kobalt gemischt war. Die Umsetzung war in 15 min nicht vollständig; waren jedoch nicht mehr als 10% an Fremdelementen zugegen, so war innerhalb 1 Std immer alles umgesetzt. Das Chlorid wurde auf ähnliche Weise titriert wie bei reinem Sulfat. Aus 14 Versuchen wurde ein Mittelwert von 100,6% der Einwaage gefunden. Die Streuung war 1,7%. Proben, welche mehr Fe_2O_3 als $BaSO_4$ enthielten, wurden in HCl-Gas innerhalb 1 Std nicht umgesetzt.

Diskussion

In reinem $BaSO_4$ kann also das Barium auf die beschriebene Weise mit einer Streuung zwischen 0,6 und 2,2% (Sicherheitsgrenze $\alpha = 0{,}05$) bestimmt werden. In Gegenwart von Substanzen, welche keine Chloride im Tiegel hinterlassen, ist die Bestimmung oft auch möglich. In unseren Versuchen lag die Streuung in diesem Falle zwischen 1,2 und 2,7%; der Mittelwert war nicht sicher von 100% verschieden ($\alpha = 0{,}05$).

Auch wenn Substanzen zugegen sind, die nichtflüchtige Chloride hinterlassen (z. B. Alkali oder Erdalkalimetalle) kann der Aufschluß oft auf dieselbe Weise ausgeführt werden. Die Bariumbestimmung muß dann jedoch nach einer anderen Methode stattfinden, z. B. nach einer der oben erwähnten[1,2,6].

Zusammenfassung

Eine Methode wird beschrieben, um $BaSO_4$ mit HCl-Gas bei 1000° C in $BaCl_2$ umzusetzen. Das Ba kann durch Titration des gebildeten Chlorids indirekt bestimmt werden. Auch mit unreinem $BaSO_4$ ist die Methode oft durchzuführen.

Literatur

[1] Agterdenbos, J.: diese Z. **159**, 202 (1957/58). — [2] Ballczo, H., u. G. Doppler: Mikrochim. Acta (Wien) **1954**, 403; **1956**, 734; vgl. diese Z. **145**, 203 (1955); **154**, 142 (1957). — [3] Boussignault, M.: C. R. Acad. Sci. **78**, 597 (1874). — [4] Caley, E. R., u. M. G. Burford: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **8**, 63 (1936); vgl. diese Z. **114**, 432 (1938). — [5] Castiel, N., u. D. Goldstein: Brasil. Ministerio Agric., Dept. nation. produçao mineral, Lab. produçao mineral, Bol. **27**, 125 (1947). — [6] Cohen, A. I., u. L. Gordon: Analyt. Chemistry **28**, 1445 (1956); vgl. diese Z. **156**, 296 (1957). — [7] Pungor, E., u. E. É. Zapp: Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 150; vgl. diese Z. **159**, 153 (1957/58).

J. Agterdenbos, Analytisch-Chemisch Laboratorium der Rijksuniversiteit, Croesestraat 77 A, Utrecht (Holland)

Aus dem Institut für Hygiene, Timişoara (Rumänien)

Schnellbestimmung von Sulfat-, Chlorid- und Nitration im Wasser in einer Probe

Von

D. Ceauşescu

(Eingegangen am 31. Juli 1958)

M. le Peintre u. J. Richard[5] haben vor kurzem ein Verfahren zur Bestimmung kleiner Sulfatmengen im Wasser beschrieben, bei dem man mit einer 0,005 m Bariumsalzlösung gegen Natriumalizarinsulfonat als Indicator nach Zugabe einer Bariumsulfatsuspension als Adsorptionsstütze titriert. Störende Kationen werden vorher durch einen Ionenaustauscher in der H-Form entfernt.

Wie im folgenden berichtet werden soll, läßt sich dieses Verfahren zu einer einfachen und schnellen Bestimmungsmethode von Sulfat, Chlorid und Nitrat nebeneinander ausbauen. Man gibt die zu untersuchende Wasserprobe durch die Austauschersäule, wobei alle Kationen durch H^+-Ionen ersetzt werden. Im Durchlauf werden dann folgende Bestimmungen durchgeführt:

a) Titration der Gesamtmenge von Schwefel-, Salz- und Salpetersäure mit Natronlauge unter Benutzung von Natriumalizarinsulfonat als Indicator;

b) Titration der Schwefelsäure mit $Ba(ClO_4)_2$-Lösung nach le Peintre u. Richard[5];

c) Titration der Salzsäure mit $Hg(NO_3)_2$-Lösung unter Benutzung von Diphenylcarbazon als Indicator nach der Methode von Clarke[1];

d) Berechnung des Gehaltes an Salpetersäure aus der Differenz.

Natriumalizarinsulfonat wirkt bei der Bestimmung der Summe der Säuren als Säure-Base-Indicator, bei der Bestimmung der Schwefelsäure als Adsorptionsindicator, und bei der Bestimmung der Salzsäure als Kontrastkomponente, indem es den Umschlag mit Diphenylcarbazon verbessert.

Der Austausch der im Wasser enthaltenen Kationen gegen H^+-Ionen ist bekanntlich ein sehr exakter Vorgang. Alle Salze gehen quantitativ in die entsprechenden Säuren über, H_2CO_3 ist eliminiert, die Mineralsäuren Salz-, Schwefel- und Salpetersäure verbleiben in der Lösung. (Die Gesamtmenge der Anionen und somit auch der Kationen in mval/l ist durch die Summe der Mineralsäuren + Hydrogencarbonate gegeben.)

Die alkalimetrische Titration der Summe der Mineralsäuren mit Natriumalizarinsulfonat als Indicator, das ein Umschlagsintervall von

p_H 3,7—5,2 hat[3], gibt Resultate, die sehr nahe bei den Titrationsergebnissen mit Methylorange liegen (Tab. 1). Der Umschlag der Farbe von Gelb über Rosa nach Violett ist sehr günstig. Zum vollen Farbumschlag ist 0,1 ml 0,02 n Natronlauge notwendig. Wir empfehlen zu der Zwischenfarbe Rosa zu titrieren, die schon mit 0,05 ml 0,02 n Natronlauge erreicht wird.

Bei Titration mit einem kleinen Volumen an Lauge (2—3 ml) ist der Umschlag des Natriumalizarinsulfonats deutlicher als der von Methylorange. Es sei noch darauf hingewiesen, daß bei niedriger Säurekonzentration der Gebrauch eines Indicators mit einem näher zu p_H 7 liegenden Umschlagsintervall exaktere Resultate gibt[4].

Tabelle 1

Gegeben in 50 ml Lösung			Titriert mit 0,02 n Natronlauge	
0,02 n Schwefelsäure ml	0,02 n Salzsäure ml	0,02 n Salpetersäure ml	gegen Natriumalizarinsulfonat ml	gegen Methylorange ml
2,50	—	—	2,57	2,55
11,00	—	—	11,03	11,05
11,00	—	—	11,08	—
—	8,50	—	8,60	8,57
—	8,50	—	8,55	—
—	—	7,50	7,59	7,53
—	—	7,50	7,60	—
11,00	8,50	7,50	27,23	27,20
11,00	8,50	7,50	27,22	27,15

Für die Einstellung auf den notwendigen p_H-Wert bei der Sulfatbestimmung benutzen wir nicht Monochloressigsäure-Natriummonochloracetat als Puffer, wie es LE PEINTRE u. RICHARD[5] vorgeschlagen haben, sondern fügen Perchlorsäure zu der genau neutralisierten Probe. Monochloressigsäure ist für unsere Zwecke unbrauchbar, da sie bei der nachfolgenden Bestimmung der Chlorionen stört. Zu 50 ml der neutralisierten Lösung gibt man 1 ml 0,1 n Perchlorsäure. Es ergibt sich eine Konzentration von etwa 0,002 n freier Säure vor der Zugabe des Alkohols. Hat man zur Neutralisation viel Natronlauge verbraucht, ist also die Salzkonzentration groß, so ist es empfehlenswert, 1,5 ml 0,1 n Perchlorsäure zuzugeben. Die Titration wird mit $Ba(ClO_4)_2$ durchgeführt. LE PEINTRE u. RICHARD[5] zeigen, daß der Adsorptionsumschlag durch 0,05 ml einer 0,005 m Ba^{++}-Lösung bewirkt wird. Unter unseren Arbeitsbedingungen, bei Benutzung einer $BaSO_4$-Suspension stellt sich nach den durchgeführten Versuchen der Umschlag mit 0,1 ml 0,01 m $Ba(ClO_4)_2$-Lösung gut reproduzierbar ein. Die Lage des Endpunktes hängt aber etwas von der Art der Herstellung der $BaSO_4$-Suspension ab, die nicht immer vollkommen gleichartig gelingt. Es ist deshalb notwendig, eine

Indicatorkorrektur anzubringen. Mit dieser Korrektur zeigt die Methode gute Empfindlichkeit und Genauigkeit.

Die mercurimetrische Chloridbestimmung wird nach Clarke[1] ausgeführt. Die Acidität der Probe ist durch die vorher zugesetzten Säuremengen gegeben: 1—1,5 ml 0,1 n Perchlorsäure anfänglich zugefügt, Perchlorsäure gleichzeitig mit $Ba(ClO_4)_2$ dazugegeben und 0,5 ml 0,1 n Schwefelsäure eingeführt zwecks Desorption des Natriumalizarinsulfonats. Die Gegenwart von Natriumalizarinsulfonat, welches die saure Lösung gelb färbt, sowie die Gegenwart der $BaSO_4$-Suspension, bilden einen Kontrasthintergrund*, auf welchem sich der Farbwechsel des Diphenylcarbazons vollzieht. Auch in diesem Falle ist die Anwendung einer Korrektur des Indicators notwendig. Sie beträgt nach den ausgeführten Versuchen 0,15 ml 0,01 m $Hg(NO_3)_2$-Lösung.

Tabelle 2

Gegeben in 50 ml Lösung				Gefunden			
0,02 n Schwefelsäure ml	0,02 n Salzsäure ml	0,02 n Salpetersäure ml	Gesamtsäuremenge 0,02 n ml	Gesamtsäuremenge 0,02 n ml	0,02 n** Schwefelsäure ml	0,02 n** Salzsäure ml	0,02 n Salpetersäure ml
5,550	8,615	—	14,165	14,17	5,50	8,56	0,11
5,550	8,615	—	14,165	14,20	5,60	8,68	0,00
1,665	2,068	0,796	4,529	4,55	1,62	2,03	0,90
2,775	4,307	1,327	8,409	8,35	2,65	4,20	1,50
2,775	4,307	1,327	8,409	8,40	2,70	4,35	1,35
5,550	4,307	0,796	10,653	10,60	5,56	4,35	0,69
8,325	8,615	6,635	23,575	23,58	8,40	8,60	6,58
8,325	8,615	6,635	23,575	23,55	8,30	8,50	6,80
11,100	17,230	3,317	31,647	31,65***	11,20	17,20	3,25
11,100	17,230	3,317	31,647	31,70***	11,10	17,28	3,42

Tabelle 3

Gegeben in 50 ml Lösung				Gefunden			
0,1 n Schwefelsäure ml	0,1 n Salzsäure ml	0,1 n Salpetersäure ml	Gesamtsäuremenge 0,1 n ml	Gesamtsäuremenge 0,1 n ml	0,1 n Schwefelsäure ml	0,1 n Salzsäure ml	0,1 n Salpetersäure ml
4,440	5,169	—	9,609	9,63	4,46	5,19	0,00
4,440	5,169	—	9,609	9,61	4,42	5,15	0,00
4,440	5,169	3,054	12,663	12,66	4,47	5,14	3,05
5,550	10,338	1,527	17,415	17,40	5,54	10,38	1,48
8,880	5,169	1,527	15,576	15,58	8,85	5,15	1,58

* Clarke[1] benutzt als Kontraststoff Bromphenolblau zur Verbesserung des Farbwechsels von Diphenylcarbazon.

** Der Titer der $Ba(ClO_4)_2$-Lösung wird maßanalytisch bestimmt und gewichtsanalytisch überprüft.

*** Die Titration wurde mit 0,1 n Natronlauge durchgeführt.

In Tab. 2 sind die experimentell gefundenen Resultate einiger Analysen von Salpeter-, Schwefel- und Salzsäuremischungen bekannter Konzentrationen angeführt.

Gewöhnlich werden die Titrationen mit 0,02 n Reagenslösungen durchgeführt. Im Falle stark mineralisierter Wässer ist es natürlich angebrachter, konzentriertere Lösungen zu benutzen. In Tab. 3 sind einige mit 0,1 n Reagenslösungen erzielte Ergebnisse angegeben.

Arbeitsvorschrift

Reagentien

0,1 n und 0,02 n NaOH-Lösungen, eingestellt gegen Säure mit Natriumalizarinsulfonat als Indicator.

Wäßrige 0,2%ige Natriumalizarinsulfonatlösung.

0,1 n Perchlorsäure.

$BaSO_4$-Suspension. Man versetzt Schwefelsäure mit etwas weniger als der äquivalenten Menge $BaCl_2$-Lösung, damit H_2SO_4 in Überschuß vorhanden ist. Der gebildete Niederschlag wird durch Dekantieren mit dest. Wasser gewaschen, bis Peptisierung eintritt. Nach 24 Std wird die schwach trübe Flüssigkeit oberhalb des Niederschlages abgesaugt. Die weiße Fraktion bildet die $BaSO_4$-Suspension. Die Wirksamkeit des Waschens kontrolliert man mit $BaCl_2$-Lösung und mit dem Adsorptionsumschlag des Natriumalizarinsulfonats in Gegenwart von Ba^{2+}-Ionen.

0,1 n und 0,02 n $Ba(ClO_4)_2$-Lösung wird aus $Ba(OH)_2$-Lösung und so viel Perchlorsäure hergestellt, daß die Lösung 0,002 n bis 0,004 n an freier Säure wird. Die Äquivalenz beider Lösungen wird durch Titration von Perchlorsäure mit $Ba(OH)_2$-Lösung gegen Phenolphthalein in einer besonderen Probe festgestellt. Der Titer wird gewichtsanalytisch oder maßanalytisch gegen Natriumalizarinsulfonat festgestellt.

0,02 n Schwefelsäure, mit gewichtsanalytisch festgestelltem Titer.

0,1 n Schwefelsäure.

Alkoholische 1%ige Diphenylcarbazonlösung.

0,1 n und 0,02 n $Hg(NO_3)_2$-Lösungen. 10,8 bzw. 2,17 g HgO löst man in 9—10 bzw. 1,8—2 ml konz. Salpetersäure (D 1,4) und ergänzt mit dest. Wasser zu 1 l. Der Titer wird mit 0,02 n NaCl-Lösung eingestellt.

0,1 n und 0,02 n NaCl-Lösungen werden durch direktes Abwägen aus NaCl p. a. (bei 500° geglüht) hergestellt.

Bemerkung. Am bequemsten wird der Titer der Lösungen von NaOH, $Ba(ClO_4)_2$ und $Hg(NO_3)_2$ in derselben Probe mit einer Mischung von 0,02 n Schwefelsäure und 0,02 n NaCl-Lösung, wie unten, festgestellt.

Analysengang

Man führt den Austausch, der im Wasser enthaltenen Kationen, gegen H^+-Ionen auf bekannte Art* durch.

---

* Der H-Austausch kann nach Naumann[6] oder nach Quentin[7] ausgeführt werden. Nach Naumann läßt man ein Volumen von 500 ml Wasser durch den H-Austauscher fließen und gießt die ersten 200—300 ml weg, weil die Einstellung des Gleichgewichts eine gewisse Zeit braucht. Nach Quentin läßt man ein kleineres gemessenes Volumen Wasser durch den H-Austauscher fließen und wäscht dann den H-Austauscher mit dest. Wasser bis zur neutralen Reaktion.

50 ml des durch den H-Austauscher geführten Wassers versetzt man mit 0,1 ml 0,2%iger Natriumalizarinsulfonatlösung und titriert mit 0,02 n oder 0,1 n Natronlauge, je nach der Konzentration der gebildeten Säuren, bis zum Umschlag von Gelb nach Rosa*. Der erhaltene Wert stellt die Summe von Salpeter-, Schwefel- und Salzsäure dar.

Sodann gibt man 1 ml 0,1 n Perchlorsäure**, 1—2 ml der $BaSO_4$-Suspension, $^3/_4$ vom Volumen der wäßrigen Flüssigkeit an Alkohol und noch 0,1 ml Natriumalizarinsulfonatlösung hinzu und titriert mit 0,02 n oder 0,1 n $Ba(ClO_4)_2$-Lösung unter starkem Schütteln, bis zum Farbumschlag von Schwachgelb zu Blaßrosa. Um den Farbumschlag leichter wahrnehmen zu können, vergleicht man mit einer nichtumgeschlagenen Probe, die man stark schüttelt. Man bestimmt die Indicatorkorrektur an einer Blindprobe mit dest. Wasser, das ebenso behandelt wird, wie die zu analysierende Probe. Der erhaltene Wert, unter Berücksichtigung der Indicatorkorrektur stellt den Gehalt an Schwefelsäure dar.

Anschließend gibt man 0,5 ml 0,1 n Schwefelsäure zur Desorption des Natriumalizarinsulfonats, dann 0,5 ml 1%ige Diphenylcarbazonlösung hinzu und titriert mit 0,02 n oder 0,1 n $Hg(NO_3)_2$-Lösung bis zum Farbumschlag von Gelb nach deutlich Rosaviolett[5] bzw. Violett. Man bestimmt die Korrektur des Indicators mit derselben Probe, in der man die Indicatorkorrektur bei der Bestimmung der Schwefelsäure festgestellt hat. Der erhaltene korrigierte Wert stellt den Salzsäuregehalt dar.

Durch Schnellbestimmung von Hydrogencarbonaten, Calcium und Magnesium in derselben Probe[2], zusammen mit der hier beschriebenen Schnellbestimmung der Nitrate, Sulfate und Chloride (die Alkalien werden durch Differenz erhalten) hat man die Möglichkeit, vollständige (gebräuchliche) Wasseranalysen in sehr kurzer Zeit auszuführen.

Die vorgeschlagene Methode ist auch zur Bestimmung von Salpeter-, Schwefel- und Salzsäure in Säuregemischen verwendbar, ebenso zur Bestimmung von Nitraten, Sulfaten und Chloriden in Salzgemischen, Böden usw. nach Beseitigung der störenden Anionen (z. B. PO_4^{3-}, welches mit $MgCO_3$ entfernt werden kann) und H-Austausch.

Literatur

[1] Clarke, F. E.: Analyt. Chemistry **22**, 553 (1950); vgl. diese Z. **134**, 60 (1951/52). — [2] Haase, L. W., unter Mitarb. von H. Stooff, G. Gad u. W. Wesly: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasseruntersuchung. Verlag Chemie, Weinheim (Bergstraße) 1956, S. 67—69. — [3] Kolthoff, I. M.: Säure-Basen-Indicatoren. Springer: Berlin 1932, S. 213. — [4] Korenman, I. M.: Microanaliza chimică cantitativă, Bucureşti 1951, S. 171. — [5] Le Peintre, M., u. J. Richard: Chim. analytique **39**, 331 (1957); vgl. diese Z. **163**, 144 (1958). — [6] Naumann, C. W.: Neue Wege der Wasser-Analyse. Leipzig 1952. — [7] Quentin, K.-E.: diese Z. **146**, 18 (1955).

D. Ceauşescu, Inst. f. Hygiene, Timişoara, Straße 30. Decembrie Nr. 8 (Rumänien)

---

* Bei Übergang vom sauren zum alkalischen Medium schlägt der Indicator von Gelb über Rosa nach Violett um. Der Übergang von Gelb nach Violett erfolgt nach Zugabe von 0,1 bis höchstens 0,15 ml 0,02 n Natronlauge.

** Wenn durch die Neutralisation mit Natronlauge das Volumen der Probe sehr vergrößert worden ist, oder wenn sich bei Benutzung von konz. Natronlauge eine große Salzmenge gebildet hat, gibt man 1,5 ml 0,1 n Perchlorsäure dazu.

Aus dem Institut für anorganische und analytische Chemie der Universität Graz
(Vorstand: Prof. Dr. A. Musil)

Ein Beitrag zur Aufarbeitung von Jodrückständen

Von
R. Pietsch

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 29. September 1958)

In der Literatur sind verschiedene Methoden zur Aufarbeitung der im Laboratorium anfallenden, relativ verdünnten Jodrückstände beschrieben. Man gewinnt das Jod entweder unmittelbar aus der verdünnten bzw. alkalisch eingedampften Lösung[1,4], oder reichert es zunächst durch Fällen mit Bleiacetat[2] oder Mercurichlorid[5] an. Im ersten Falle bleiben beträchtliche Mengen Jod gelöst und gehen verloren[3], im anderen Falle werden kostspielige Chemikalien verwendet, die schwierig wiederzugewinnen sind. Die Verfahren sind also wenig wirtschaftlich und meist auch recht langwierig.

Im Folgenden soll nun eine Methode der Wiedergewinnung von Jod mitgeteilt werden, die von uns bereits seit längerer Zeit mit bestem Erfolg angewendet wird. Die Methode beruht auf der Bildung von Kupfer(I)-jodid aus Kupfermetall und Jod bzw. aus Kupfer(II)-ion und Jodidion. Das Kupfer dient einerseits als Fällungsmittel, andererseits als Sammler für die in den verdünnten Lösungen vorhandenen geringen Jodmengen. Die Aufwendungen an Chemikalien und an Arbeitszeit sind gering.

Ausführung. Die in Flaschen gesammelten jodhaltigen Lösungen, die meist sauer sind, werden mit feinem Kupferpulver versetzt. Dazu eignet sich besonders das durch Reduktion zurückgewonnene Kupfer (siehe unten), es kann aber jedes rohe Abfallkupfer verwendet werden, wenn es nur möglichst fein zerkleinert ist. Die Feinheit des Pulvers ist ja auf die Geschwindigkeit und den Grad der Rückgewinnung des Jods von maßgeblichem Einfluß. Von Zeit zu Zeit werden die Flaschen mit den Jodrückständen und dem Bodensatz aus Kupfermetall und Kupfer(I)-jodid durchgeschüttelt. Ist die schnelle Aufarbeitung der Rückstände erforderlich, so hält man das Kupferpulver in der Rückstandslösung mit einem mechanischen Rührer ständig in Bewegung. Normalerweise sind kräftig durchgerührte Lösungen bei Anwendung von feinteiligem Kupfer in etwa zwei Stunden jod- und jodidfrei. Die über dem Niederschlag stehenden klaren Lösungen können dann verworfen werden.

Der Bodensatz, der zum größten Teil aus Kupfer(I)-jodid und nicht umgesetztem Kupfermetall besteht, wird sowohl auf Jod als auch auf Kupfer aufgearbeitet. Man bringt den Bodensatz auf ein Filter, saugt ab, übergießt den Rückstand in einem Becherglas mit Natriumhydroxydlösung und läßt einige Zeit stehen oder kocht kurz auf. Statt gelöstes NaOH zu verwenden, kann man auf den Rückstand im Becherglas auch festes Ätznatron geben und wenig Wasser zufügen. Die auftretende Lösungswärme erspart das Erhitzen von außen.

Das Kupfer(I)-jodid wird durch die Lauge zum größten Teil in Kupfer-(I)-oxyd übergeführt, während das Jod in konz. Form als Jodid in Lösung geht. Bei einmaligem Auslaugen mit einem sehr geringen Überschuß an etwa 15%iger Natronlauge werden rund 90% des in den Rückständen enthaltenen Jodes in Form von Alkalijodid erhalten. Nach zwei- bis dreimaligem Auslaugen ist der Kupferoxydrückstand praktisch frei von Jod. Aus den erhaltenen konz. alkalischen Alkalijodidlösungen wird das elementare Jod in irgend einer Weise in Freiheit gesetzt. Am einfachsten säuert man mit nitrithaltiger Salpetersäure an, wobei sich das Jod sofort praktisch quantitativ abscheidet. Die geringe Menge der überstehenden Lösung enthält nur einen sehr kleinen Teil des Gesamtjods. Sollte es auch auf diese Menge ankommen, so kann man die Lösung einer neuerlichen Aufarbeitung zuführen. Das Verfahren von Arndt[1], bei der etwas Nitrit enthaltende schwefelsaure Lösung mit Sauerstoff behandelt wird, gibt ebensogute Resultate wie die beschriebene Arbeitsweise. Nach dem Abfiltrieren und Trocknen kann die Reinigung des Jods wie üblich durch Sublimation erfolgen.

Die Kupfer-Kupferoxydrückstände, die praktisch das ganze angewendete Kupfer enthalten, können leicht durch Leuchtgas zu metallischem Kupfer reduziert werden. Dieses fällt dabei in einer sehr feinen Form an, die sich zur Rückgewinnung des Jodes vorzüglich eignet.

Das Reduzieren erfolgt bei geringem Aufwand an Gas und Arbeitszeit in dem in Abb. 1 wiedergegebenen Apparat. Das bei der Reduktion nicht verbrauchte Gas wird zum Erhitzen der Oxyde verwendet. Die Rückstände werden nach Abschrauben des Teiles *A* oder *C* entweder direkt oder mittels eines Einsatzes in das Rohrinnere gebracht. Nach Verschließen leitet man bei *A* das Leuchtgas ein und entzündet die Flammen bei *D*, die am Anfang stark und groß brennen. Ist die Temperatur genügend hoch gestiegen, so setzt die Reduktion ein und die Flammen werden kleiner. So stellt sich selbstständig die günstigste Temperatur ein. Nach beendeter Reduktion brennen die Flammen wieder so wie am Anfang, so daß man daran die Beendigung der Reduktion erkennen kann. Sodann dreht man das Gas ab und läßt erkalten.

Bei dem beschriebenen Wiedergewinnungsverfahren werden an Chemikalien lediglich die zum Auslaugen der Kupferoxyd-Jodidrückstände notwendige Laugenmenge und die Salpetersäure bzw. der Sauerstoff und die Schwefelsäure zur Gewinnung des freien Jodes benötigt. Weiterhin

werden noch das Leuchtgas zur Reduktion und der Strom zum Ausrühren der Rückstandslösungen verbraucht. Da von der Lauge und der Salpetersäure keine Überschüsse nötig sind und billigste technische Produkte verwendet werden können, sind die Chemikalienkosten gering. Das Kupfer wird praktisch restlos zurückgewonnen. Die Jodausbeute ist ebenfalls fast quantitativ. Die Aufwendungen an Arbeitszeit beschränken sich auf gelegentliche Kontrollen des Fortschrittes der Jodabscheidung,

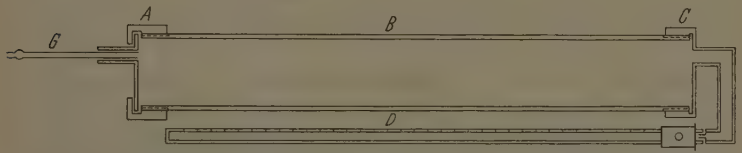

Abb. 1 Reduktionsrohr. *A* Abschraubbare und verdrehbare Gaseinleitung; *G* Eingekittetes Glasrohr; *B* Reduktionsrohr; *C* Gasableitung aus dem Reduktionsrohr; *D* Brennerrohr mit Reihenflammen

die man bei einiger Übung auch an der Farbe der überstehenden Lösung erkennt, sowie auf das Absaugen der Rückstände und das Beschicken des Reduktionsapparates.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode zur Wiedergewinnung von Jod aus Analysenrückständen angegeben, die mit einem Minimum an Chemikalien und Arbeitszeit eine nahezu quantitative Ausbeute an Jod ermöglicht. Der Hauptvorteil liegt in der Anreicherung des Jodes mit Hilfe von metallischem Kupfer und dem Arbeiten mit konz. Alkalijodidlösungen. Die Operationen benötigen keine Beaufsichtigung und können daher ohne Störungen übriger Arbeiten ausgeführt werden.

Literatur

[1] Arndt, F.: Ber. dtsch. chem. Ges. **52**, 1131 (1919); vgl. diese Z. **59**, 365 (1920). — [2] Bäuninger, O.: Seifenfabr. **26**, 735 (1906). — [3] Dietze.: Chemiker-Zt. **46**, 903 (1922). — [4] Olig, A., u. J. Tillmans: Z. Unters. Nahrungs- u. Genußmittel **11**, 95 (1906); vgl. Chem. Zbl. **1906**, I, 783. — [5] Stephensen, H. F.: Analyst **43**, 165 (1919).

Dr. R. Pietsch, Graz-Gösting, Ruinenweg 8 (Österreich)

Department of Chemistry, Andhra University, Waltair (India)

Volumetric Determination of Iron (III) with Hydroxylamine as a Reducing Agent

By
G. Gopala Rao and G. Somidevamma

(Eingegangen am 8. Juli 1958)

In alkaline solution, hydroxylamine oxidises ferrous to ferric hydroxide, ammonia being the reduction product of hydroxylamine[6]. In acid solution, hydroxylamine reduces ferric ion to the ferrous ion; the hydroxylamine being oxidised to nitrous oxide. This reaction between hydroxylamine and iron(III) has been the subject of investigation by many investigators[2,3,7,9,10,13,14,17].

These investigations are mostly concerned with the determination of hydroxylamine by heating it with an excess of ferric alum in sulphuric acid solution, cooling and titrating the iron(II) formed with a standard solution of potassium permanganate. The reaction is believed to proceed according to the following equation

$$2NH_2OH + 4Fe^{3+} = N_2O + 4Fe^{2+} + H_2O + 4H^+.$$

Raschig[13] stated that this method gives satisfactory results only when a large excess of ferric salt (about three times) is used, while keeping the sulphuric acid concentration at about 1 N.

Belcher and West[1] carried out the determination of hydroxylamine through the same reaction but by the titration of the unreacted iron(III) with a standard solution of mercurous nitrate.

Bray and coworkers[2] found that at high acid concentrations, the product of the reaction between iron(III) and hydroxylamine is quantitatively nitrous oxide. When the hydrogen ion concentration is low some nitrogen is also formed.

Mitchell[11] studied the kinetics of the reaction between ferric chloride and hydroxylamine.

Recently Bhaskara Rao and Gopala Rao[12] reported that the reaction between hydroxylamine and iron(III) is remarkably catalysed by copper sulphate. They have found that both the catalysed and uncatalysed reactions are retarded by increasing the concentration of sulphuric acid in the limits of sulphuric acid concentration 0.1 N to 1.0 N.

Saywell[15], Fortune[5], Mehlig[8] and coworkers proposed the colorimetric determination of iron(III) by reducing it with hydroxylamine in

the hot and complexing the resulting iron(II) with 1,10-phenanthroline to give a deep red coloured chelate. TSCHUGAEFF and ORELKIN[18], SLAWIK[16] and FEIGL[4] employed hydroxylamine as a reducing agent for iron(III) in the colorimetric detection of iron(II). The iron(II) obtained is tested with dimethylglyoxime, which gives a red complex in ammoniacal medium.

From the above survey of the literature, it is seen that no one has utilised hydroxylamine as a reducing agent for iron (III) with a view to its volumetric determination. The authors have now carried out such an investigation.

Experimental

1. Ferric Alum Solution: An approximately 0.025 M solution of ferric ammonium sulphate is prepared from a sample of the analytical reagent grade salt supplied by E. Merck. The acidity of the solution is adjusted to about 0.5 N with respect to sulphuric acid. The solution has been standardised by reduction in a Jones reductor and titration with a standard solution of potassium dichromate.

2. Hydroxylamine Hydrochloride Solution: An approximately 0.1 M solution of hydroxylamine hydrochloride in water is prepared as a stock solution.

3. Sodium Vanadate Solution: A 0.05 N solution of sodium meta vanadate has been prepared as follows: The aliquot amount of pure ammonium meta vanadate is weighed into a 500 ml conical flask and treated with about 250 ml of water and a slight excess of A. R. sodium carbonate. The mixture is boiled until all the ammonia is expelled. The solution is cooled and made up to a liter. It is standardised against electrolytic iron.

Analytical Procedure

The ferrous iron formed by the reduction of iron(III) with excess of hydroxylamine cannot be titrated with potassium permanganate, dichromate or ceric sulphate, because of the interference of the unreacted hydroxylamine. Titrations have been made with dichromate and ceric sulphate using the three redox indicators diphenylbenzidine, n-phenyl anthranilic acid and ferroin. The results in every case have been irregular. Hence, the authors investigated the use of sodium vanadate. Even with this reagent, there is some interference, if diphenylbenzidine or diphenylamine sulphonic are used as inside indicators. It has been found that there is interference, even when 1,10-phenanthroline is used as inside indicator in 10 N sulphuric acid medium. The degree of interference increases with increasing concentration of hydroxylamine. The interference appears to be due to the retarding influence of hydroxylamine on the reaction between the indicator and sodium vanadate and not due to chemical induction. The authors have made the interesting observation that hydroxylamine does not interfere, up to fairly high concentrations, in the titration of ferrous iron in 6 N sulphuric acid medium by sodium vanadate, when N-phenyl anthranilic acid has been used as the indicator.

Quantitative Reduction of Iron(III) with Hydroxylamine in the Hot

In the following experiments, the influence of sulphuric acid concentration has been studied on the speed of reduction of iron(III) by excess of hydroxylamine hydrochloride at the temperature of the boiling water bath. About 5.0 ml of the 0.025 M iron (III) solution are mixed with 5.0 ml of 0.1 M hydroxylamine hydrochloride solution and the aliquot volume of 5.0 N sulphuric acid. The mixture is diluted to 50 ml and then heated in a flask fitted with a Bunsen valve on a boiling water bath for 10 minutes. The mixture is cooled, treated with enough sulphuric acid to bring up the acid concentration to 6 N and then titrated with a standard solution of sodium vanadate, using N-phenylanthranilic acid as indicator.

Table 1

Amount of iron (III) taken = 0.1259 millimoles.
Time of reaction 10 min, Temperature 98° C

Overall concentration of sulphuric acid normality	Amount of iron (III) reduced in millimoles
2.0	0.1090
1.5	0.1143
1.0	0.1195
0.7	0.1230
0.5	0.1260
0.3	0.1260
0.2	0.1260
0.1	0.1260

The results recorded in Table 1 show that the speed of reaction between iron(III)and hydroxylamine hydrochloride decreases with increasing concentration of acid.

Influence of Hydroxylamine Concentration

The following experiments have been made in 0.2 N sulphuric acid medium, to ascertain the minimum concentration of hydroxylamine necessary to effect the speedy reduction of iron(III). From the data presented in Table 2, it will be seen that the amount of hydroxylamine should be at least twice the stoichiometric quantity required for the speedy quantitative reduction of iron(III) to iron(II). The concentration of hydroxylamine should not be increased beyond six times that of the ferric iron concentration, since above this concentration, it interferes in the titration of the resulting ferrous iron with sodium vanadate, employing N-phenylanthranilic acid as indicator.

Table 2

Time of heating 10 min.
Amount of iron (III) taken = 0.1259 millimoles

$Fe_2(SO_4)_3 : NH_2OH \cdot HCl$	Amount of iron (III) reduced in millimoles
1 : 1.5	0.1245
1 : 2	0.1260
1 : 3	0.1260
1 : 4	0.1261
1 : 5	0.1262
1 : 6	0.1262
1 : 8	0.1270
1 : 10	0.1287
1 : 12	0.1287
1 : 16	0.1288

Procedure

From the foregoing studies, the authors prescribe the following procedure for the volumetric determination of iron(III) using hydroxylamine as reductant: About 5 ml of the iron(III) solution (approximately 0.025 molar) are mixed with 5 ml of

0.1 M hydroxylamine chloride solution and 5 ml of 2 N sulphuric acid. The mixture is made up to 50 ml and then heated in a flask fitted with a Bunsen valve on a boiling water bath for 10 min. The mixture is then cooled and treated with enough 18 N sulphuric acid to keep the overall acid concentration at 6 N. It is then titrated with a standard solution of sodium vanadate, using N-phenyl anthranilic acid as indicator.

A large number of determinations of iron(III) have been carried out in this manner. A selection of some typical results is given in Table 3. From these, it will be noted that the method is very precise.

Table 3

Amount of iron (III) taken in millimoles	Amount of iron (III) found in millimoles
0.0630	0.0630
0.0755	0.0755
0.0882	0.0882
0.1006	0.1007
0.1259	0.1260
0.1511	0.1513
0.1753	0.1756
0.2013	0.2013
0.2140	0.2140
0.2265	0.2265
0.2518	0.2520

Interferences

It has been found that moderate quantities of chromium (VI) and vanadium(V) do not interfere, although they are reduced to chromium(III) and vanadium(IV) respectively. Molybdenum(VI) is reduced to the "molybdenum blue" which reacts with the vanadate; but its interference in the determination of iron can be eliminated by the cautious titration of the mixture with sodium vanadate solution until the blue colour due to the molybdenum blue disappears and then titrating the iron(II) with the N. P. A. indicator in 6 N sulphuric acid. Tungsten(VI) gives a white precipitate. When this is present low titre values are secured for iron (II), but correct values can be obtained by increasing the heating time from fifteen minutes to one hour.

Summary

A new volumetric method has now been developed for the determination of iron(III) through reduction to iron(II) with excess of hydroxylamine. The reduction is completed at the temperature of the boiling water bath in 10 min, keeping the acidity at 0.2—0.5 N sulphuric acid. The mixture is cooled and treated with enough 1 : 1 sulphuric acid to bring up the acidity to 6 N. It is then titrated with a standard solution of sodium vanadate, using N-phenyl anthranilic acid as inside indicator. Diphenyl benzidine, barium diphenyl sulphonate, or 1,10-phenanthroline cannot be used as indicators in this titration, because of the interference of the unreacted hydroxylamine.

The method has been found to be very precise, and convenient. It has also the advantage that it is subject to fewer interferences than the existing methods.

One of us, Mrs. G. Somidevamma, desires to thank the Ministry of Education Government of India for the award of Research Fellowship which enabled her to take part in this investigation.

References

[1] Belcher, R., and T. S. West: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 546 (1951); cf. Z. analyt. Chem. **138**, 118 (1953). — [2] Bray, W. C., M. E. Simpson and A. A. MacKenzie: J. Amer. chem. Soc., **41**, 1363 (1919); cf. Z. analyt. Chem. **62**, 57 (1923). — [3] Ebler, E., and E. Schott: J. prakt. Chem. (2) **78**, 320 (1908). — [4] Feigl, F.: Chemiker-Ztg. **43**, 861 (1919). — [5] Fortune, W. B., and M. G. Mellon: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **10**, 60 (1938); cf. Z. analyt. Chem. **123**, 415 (1942). — [6] Kurtenacker, A., and F. Wengefeld: Z. anorg. allg. Chem. **140**, 301 (1924). — [7] Leuba, A.: Ann. Chim. anal. appl. **9**, 246 (1904); cf. Z. analyt. Chem. **46**, 259 (1907). — [8] Mehlig, J. P., and H. R. Hulett: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **14**, 869 (1942). — [9] Meyeringh, W.: Ber. dtsch. chem. Ges. **10**, 1940 (1877); cf. Z. analyt. Chem. **18**, 345 (1879). — [10] Milligan, L. H.: J. physic. Chem. **28**, 544 (1924); cf. Z. analyt. Chem. **78**, 71 (1929). — [11] Mitchell, A. D.: J. chem. Soc. (London) **1926**, 336. — [12] Rao, Bhaskara K., and G. Gopala Rao: Z. analyt. Chem. **157**, 100 (1957). — [13] Raschig, F.: Z. angew. Chem. **17**, 1411 (1904); Liebigs Ann. Chem. **241**, 191 (1887). — [14] Rupp, E., and H. Mäder: Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **251**, 297 (1913); cf. Z. analyt. Chem. **62**, 56 (1923). — [15] Saywell, L. G., and B. B. Cunningham: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **9**, 67 (1937); cf. Z. analyt. Chem. **112**, 124 (1938). — [16] Slawik, P.: Chemiker-Ztg. **36**, 54 (1912). — [17] Sommer, F., and H. G. Templin: Ber. dtsch. chem. Ges. **47**, 1226 (1914). — [18] Tschugaeff, L., and B. Orelkin: Z. anorg. allg. Chem. **89**, 401 (1914); cf. Z. analyt. Chem. **54**, 376 (1915).

Prof. G. Gopala Rao, D. Sc., Department of Chemistry, Andhra University, Waltair, India

---

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Emissionsspektralanalyse. Eine Bogenlampe zur Emissionsspektralanalyse von Pulvern beschreibt N. N. Semenov[1]. Die Lampe besitzt unter anderem folgende Vorteile: Kontinuierliche Zufuhr der Analysensubstanz durch eine Bohrung in der Anode; selbstschärfende obere Elektrode sowie Schutzgasatmosphäre mit Umwälzung und Reinigung des Schutzgases. Die Apparatur ist im Original an Hand mehrerer Skizzen und einer Photographie ausführlich beschrieben.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 56—62 (1958) [Russisch]. Allunions Forsch.-Inst. f. Glas, Moskau (UdSSR). H. Wunderlich

F. W. Anderson und J. H. Moser[1] behandeln *ein automatisches Rechenprogramm für die Auswertung esmissionsspektrographischer Meßwerte.* Anlaß für die Untersuchung war der Einsatz eines elektronischen Rechenautomaten IBM Type 650 mit 2000 Zehnerstufen zur Umrechnung der Photometerwerte spektrographischer Aufnahmen in die entsprechenden Konzentrationen der Proben. Die automatische Berechnung folgt den allgemeinen Grundgleichungen für die relativen Intensitäten und Intensitätsverhältnisse, wobei selbstverständlich

wieder von Schwärzungskurve und Eichkurve ausgegangen werden muß. Meßwerte, die im Bereich zu großer oder zu kleiner Schwärzung liegen und deshalb für die Berechnung der Analysenwerte unbrauchbar sind, werden von der Maschine automatisch verworfen. Das Gerät erfordert auf *einer* Karte die Eingabe der Probennummer (7 Stufen), den Verdünnungsfaktor (3 Stufen), das Nachweisverfahren (1 alphabethische Kennziffer) das chemische Symbol des Elements (1 oder 2 alphabethische Kennziffern) und die Durchlässigkeiten für 1—6 Linienpaare. Von jeder Analyse, sowohl halbquantitativ wie quantitativ, kann die Genauigkeit angegeben werden. Weiterhin werden verschiedene Typen von Fehlern in der Eingabe automatisch erfaßt und ohne Abstoppen des Rechenautomaten ausgeschieden. Schnelligkeit und Zuverlässigkeit spektrographischer Berechnungen konnten mit dem vorgelegten Verfahren verbessert werden. Die Verff. sind bereit, detaillierte Beschreibungen des Programms abzugeben.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 879—881 (1958). Res. Lab. Shell Oil Co., Martinez, Calif. (USA). J. VAN CALKER

H. DIEBEL[1] behandelt in einer Arbeit über *Auswerteverfahren und Fehlerquellen in der quantitativen Spektralanalyse* die verschiedenen Möglichkeiten zur Beseitigung von Fehlern, die durch die gegenseitige Beeinflussung der Analysenbestandteile bei spektrochemischen Untersuchungen auftreten können. So zeigt er, wie die Intensität der Grundelementbezugslinie von der Grundelementkonzentration abhängt und durch eine Korrekturfunktion erfaßt werden kann. Hierbei ist besonders bedeutungsvoll, daß man bei selbstregistrierenden Spektrometern die Möglichkeit hat, eine bestimmte Linie eines in bekannter Konzentration vorhandenen Elementes durch Variationen der Belichtungsdauer jeweils bis zum gleichen Bezugswert aufzusummieren. Auf die „integrierte Intensität" dieser Linie können dann die Linien anderer Elemente bezogen und so der Gang ihrer Intensitäten mit der Konzentration ermittelt werden. Zur Bestimmung der Grundelementkonzentration kann unter Umständen auch das „reflected beam"-Verfahren angewandt werden, bei dem die Intensität der Gesamtstrahlung in der nullten Ordnung als Bezugsintensität verwendet wird. Weiterhin geht der Verf. auf systematische Fehler wie Destillierungseffekte, Einfluß dritter Partner, Anregungsbeeinflussung und optische Überlagerungseffekte ein. Unter den letzteren unterscheidet er multiplikative Störungen durch Überlagerung der Bezugslinie durch eine Fremdlinie oder den Untergrund und additive Störungen durch Überlagerung einer Analysenlinie durch Fremdlinie oder Untergrund. Mehr zufälliger Art sind Störungen durch Schwankungen in der Anregung, Ungleichmäßigkeit der Proben, optische Instabilität durch Temperaturschwankungen und Erschütterungen, Fehler in der Elektronik und Bedienungsfehler.

[1] Arch. Eisenhüttenwes. **29**, 275—281 (1958). J. VAN CALKER

F. HEGEMANN und H.-H. RÜSSMANN[1] behandeln die *quantitative Spektralanalyse von Spuren verunreinigender Elemente in Spektralkohlen im Gleichstrom-Dauerbogen.* In der Reihenfolge der Häufigkeit konnten die Verff. folgende Elemente in Spektralkohlen nachweisen: B, Ti, Si, V, Ca, Cu, Mg, Fe und Al. Sie liegen als Verunreinigung in Form von Carbiden vor. — Zur Herstellung von Testmischungen wurde borfreies Spektralkohlenpulver „RW Spektral O" der Ringsdorff-Werke benutzt, dem die Oxyde der Analysenelemente in den Konzentrationsbereichen von 10^{-6} bis 10^{-1} % beigemengt wurden. Als „Kontrollelement" wurde für die Auswertung mit der s.p.d.-Skala nach ADDINK jeder Probe 0,1% Bi beigefügt. Als untere Trägerelektrode wurden Mittelstiftelektroden der Qualität „RWO" und als obere Elektroden hinterdrehte Gegenelektroden der gleichen Sorte verwendet. Die Anregung erfolgte nach der bekannten Glimmschichtmethode von MANNKOPFF-PETERS, wobei

jedoch die Glimmschicht zur gleichmäßigen Ausleuchtung der Linien etwa 10fach vergrößert auf den Spektrographenspalt abgebildet wurde. Für die Analyse wurde die Trägerelektrode als Anode geschaltet. Zur Anregung diente ein Gleichstrom-Dauerbogen von 110 V, Zündstromstärke etwa 10 Amp., Brennstrom 8—8,5 Amp., Elektrodenabstand genau 5 mm, Probenmenge 15 mg, Spaltbreite für Hilger-Medium und Zeiss Q 24 bei s.p.d.-Auswertung 0,01 mm, bei photometrischer Auswertung 0,03 mm. Die Auswertung erfolgte in der üblichen Weise über Eichkurven. Angaben über Reproduzierbarkeit und Genauigkeit werden nicht gemacht.

[1] Spectrochim. Acta **11**, 448—456 (1957). T.H. München u. Ringsdorff-Werke, Bad Godesberg-Mehlem. J. VAN CALKER

W. H. TINGLE und C. K. MATOCHA[1] berichten über ein *Pillen-Abfunkverfahren mit einem photoelektrischen Mehrkanal-Spektrometer zur spektrochemischen Analyse nichtmetallischer Proben.* Verff. beschreiben im einzelnen das *Verfahren und die Apparatur* zur Herstellung der Pillen. 0,25 g der fein pulverisierten Probe werden mit 1 g Lithiumcarbonat und 1,5 g Boroxyd verrieben, Diese Mischung von Probe und Flußmittel wird in einem Graphittiegel mit einem elektrischen Ofen 8 min auf 1000° C erhitzt. Nach dem Erkalten wird die Schmelzperle maschinell zerrieben und durch Sieben auf einheitliche Korngröße gebracht. Schließlich werden 0,3 g hiervon mit 0,6 g Graphitpulver verrieben und zu Pastillen von 12,6 mm ⌀ gepreßt. In besonderen Pastillenhaltern werden sie als obere Elektroden in 3 mm Abstand gegenüber einer konisch zugespitzten unteren Graphitgegenelektrode in die Analysenstrecke eingesetzt. Zur Anregung dient eine Hochspannungsentladung der High Precision Source, Modell 4700 von ARL mit 0,007 μF, 20,0 μH und 5 Amp. Als Spektrometer wird ein 1,5 m ARL-Quantometer mit 20400 Strichen je Zoll Spaltbreite primär 50 μ, sekundär 150 μ benutzt. In Tabellen werden zahlreiche Analysenwerte verschiedener Mineralien und synthetischer Gemische von Metalloxyden wiedergegeben.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 494—498 (1958). Alcoa Res. Lab., New Kensington, Pa. (USA). J. VAN CALKER

I-DJEN HO, SHIH-CHO LI und THANG-SOO WANG[1] berichten über die *spektrographische Analyse von Schlacken in Lösung in einer Napf-Elektrode im Lichtbogen.* Wird das gelöste Analysenmaterial in der Vertiefung einer Kupferelektrode im Wechselstromlichtbogen angeregt, so zeigt sich eine starke Abhängigkeit der Verdampfungsvorgänge vom Elektrodenabstand. Die Verff. entwickeln deshalb eine zusammengesetzte Elektrodenanordnung, bei der ein oben flach abgedrehter Kupferstift von 2,6 mm ⌀ in einen größeren Kupferblock eingesetzt und in der Mitte einer Glasumrandung von 22 mm ⌀ angeordnet wird. Die Analysenlösung wird augenscheinlich bis zum Rande dieses Glasgefäßes eingefüllt. In der Mitte wird sie dann von dem zentralen dünnen Kupferstift um 1,3 mm überragt und in der hohen Temperatur des Lichtbogens verdampft. Ein Vergleich der mit dieser Glasnapfelektrode aufgenommenen Verdampfungskurven mit solchen reiner Kupfer-Napfelektroden zeigt bei der ersteren erwartungsgemäß eine wesentlich geringere Streuung der Meßpunkte. Zur Prüfung der Frage, wie sich feste Bestandteile in der Analysenlösung auf die Verdampfung auswirken, setzen ihr die Verff. Oxyde von Mo und As zu. Es zeigt sich, daß der Verlauf der Verdampfungskurven dadurch nicht wesentlich verändert wird. Lediglich Zufügen von AgCl liefert ein zusätzliches Maximum. Die Versuche deuten darauf hin, daß das Lösungsmaterial unabhängig von den Verdampfungseigenschaften der untersuchten Elemente durch den flackernden Lichtbogen in die Bogensäule transportiert wird. Dabei zeigt sich kein wesentlicher Einfluß, wenn die Lösung feste Bestandteile in einer Konzentration von weniger als 4% enthält. Bei Zusatz von in Salzsäure unlöslichem TiO_2 zeigt sich

eine Parallelverschiebung der Eichkurve. Während bei Vorversuchen zunächst Cr und dann Sn als Bezugselement verwendet worden ist, benutzen die Verff. schließlich nur eine Verfahrenseichung mit abgestuften Konzentrationen. Zum Schluß der Arbeit wird noch auf die bekannte *Beeinflussung der Linienintensitäten* durch verschiedene *Anionen* wie J^-, Br^-, Cl^-, NO_3^- in HNO_3- bzw. in HCl-Lösung eingegangen.

[1] Spectrochim. Acta **11**, 212—216 (1957). Inst. Metal Res., Acad. Sinica Shenyang, Mukden (China). J. VAN CALKER

L. C. FLICKINGER, E. W. POLLEY und C. A. GALLETTA[1] benutzen zur *direkt registrierenden Analyse von Stahllösungen eine Mittelstift-Elektrode mit Vorratsbehälter*, bei der der Außenrand allerdings nicht, wie in der vorstehend referierten Arbeit aus Silicatglas, sondern aus PVC-Glas angefertigt ist. Für die Analyse werden 1 g Drehspäne gelöst und auf 25 ml aufgefüllt. Diese Analysenlösung wird in den Vorratsbehälter der unteren Elektrode eingefüllt. Sie besteht aus einer Mittelstiftelektrode üblicher Bauart, die außenherum einen etwa 5 mm tiefen und 2,5 mm breiten Rand hat, welcher die Lösung aufnehmen kann. Durch eine Bohrung kommuniziert dieser Vorratsraum mit dem inneren Ring, in dessen Zentrum die Mittelstiftelektrode steht. Die Gegenelektrode ist auf 120° konisch abgedreht. Die Anregung erfolgt mit einer Funkenentladung von 13 kV Spitzenspannung, 0,007 μF, 0,36 μH. Zur Aufnahme dient ein selbstregistrierendes ARL-1,5 m-Gitterspektrometer. Folgende Analysenlinien werden verwendet: Mo 3170,3 Å bis 0,50% $\pm$ 0,013; Si 2881,6 Å bis 0,50% $\pm$ 0,016; Al 3961,5 Å bis 0,100% $\pm$ 0,0028; Cu 3274,0 Å bis 0,80% $\pm$ 0,015; Ni 3414,7 Å bis 1,30% $\pm$ 0,023; Mn 2933,0 Å bis 1,80% $\pm$ 0,045; Cr 2677,2 Å bis 1,40% $\pm$ 0,022; Pb 4057,8 Å bis 0,40% $\pm$ 0,017 im Konzentrationsbereich jeweils von 0 bis zu dem angegebenen Prozentsatz. Bezugslinie ist einheitlich Fe 4404,8 Å.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 502—503 (1958). Campbell Works, Sheet and Tube Co, Yongstown, Ohio (USA). J. VAN CALKER

Über die Verwendung chromatographischer Trennungen in der qualitativen Analyse berichten K. M. OLŠANOVA und K. V. ČMUTOV[1] in Fortführung ihrer früheren Arbeiten, die die chromatographischen Trennungen innerhalb der 4. und 5. analytischen Gruppe sowie der Anionen betreffen[2]. Verff. geben in dieser neuen Arbeit Vorschriften zur chromatographischen Trennung der Kationen der 3. analytischen Gruppe (Schwefelammongruppe) an. Bei einem Zeitbedarf von 8—10 min und einer Substanzmenge von 5 Tr. der Probenlösung lassen sich Fe, Al, Cr, Zn, Mn, Ni und Co leicht nebeneinander nachweisen, wenn eine chromatographische Säule mit Aluminiumoxydfüllung benutzt wird. Unter anderem führen Verff. folgende Grenzkonzentrationen an: Fe^{2+} 1:71000; Fe^{3+} 1:60000; Cr^{3+} 1:32000; Zn^{2+} 1:1250000; Mn^{2+} 1:160000; Ni^{2+} 1:680000; Co^{2+} 1:680000. Die Originalarbeit enthält zahlreiche Einzelheiten, die sich für eine kurze Wiedergabe nicht eignen.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 162—171 (1958) [Russisch] (Mit engl. Zus.fass.) Inst. phys. Chem. Akad. Wiss. Moskau (UdSSR). — [2] OLŠANOVA, K. M., u. K. V. ČMUTOV: Ž. anal. Chim. **8**, 211 (1953); **9**, 67 (1954); vgl. diese Z. **143**, 441 (1954); **156**, 285 (1957). H. WUNDERLICH

Gaschromatographie. H. PICHLER und H. SCHULZ[1] beschreiben die *kontinuierliche Trennung von Gasen durch ein neues Verfahren der Gegenstromverteilung* (kontinuierliche Gaschromatographie). Die Wirkungsweise der dafür entwickelten Apparatur wird an der Trennung der Substanzpaare n-Butan/trans-Buten und trans-Buten/cis-Buten gezeigt. Die für die kontinuierliche Trennung notwendigen, allgemein

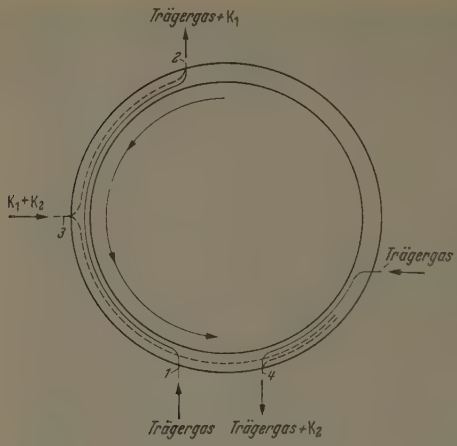

Abb. 1

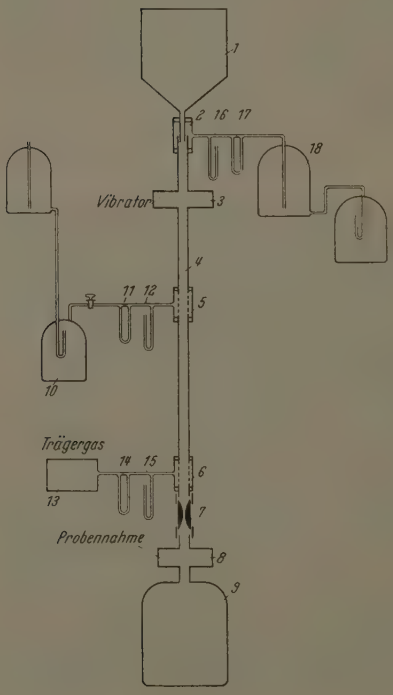

Abb. 2

gültigen Beziehungen werden mitgeteilt. — *Arbeitsprinzip.* Das Schema einer kontinuierlichen Anordnung zur Gasgegenstromverteilung ist in Abb. 1 wiedergegeben. Dem bei 1 eintretenden, im Uhrzeigersinn strömenden Trägergas wird die stationäre Phase entgegenbewegt. Bei 3 wird das Gemisch der beiden zu trennenden Komponenten $K_1 + K_2$ aufgegeben. Die Komponente K_1 mit der größeren Wanderungsgeschwindigkeit verläßt bei 2 mit dem Trägergas das System. Die langsamer wandernde Komponente K_2 wird mit einem zweiten, schnelleren Trägergasstrom bei 4 aus dem Säulenmaterial herausgespült. Der Druckabfall zwischen 1 und 2 ist so einreguliert, daß der Betrag der Geschwindigkeit des Materials zwischen den Wanderungsgeschwindigkeiten der Komponenten K_1 und K_2 liegt. — *Experimentelle Aus-*

Abb. 1. Schema einer kontinuierlichen Anordnung zur Gasgegenstromverteilung nach PICHLER und SCHULZ

Abb. 2. Skizze der Versuchsanordnung zur Gasgegenstromverteilung nach PICHLER und SCHULZ. *1* Behälter für Säulenmaterial; *2* Ableitung von Komponente K_1 im Gemisch mit Trägergas; *3* Vibrator; *4* Säule (Länge: 1 m, Querschnitt: 0,98 cm²); *5* Gasgemischzuführung; *6* Trägergaszuführung; *7* Austragdüse; *8* Probennahme von Säulenmaterial; *9* Auffanggefäß für beladenes Säulenmaterial; *10* Vorrat an Gasgemisch unter konstantem Druck; *11* Strömungsmessung, Gasgemisch; *12* Druckmessung, Säulenmitte; *13* Trägergasvorrat mit Druckregulierung; *14* Strömungsmessung, Trägergas; *15* Druckmessung, Säulenfuß; *16* Druckmessung, Säulenkopf; *17* Strömungsmessung; *18* Auffanggefäß für Gas vom Säulenkopf (unter konstantem Druck)

führung. Abb. 2 zeigt die für dieses Verfahren entwickelte Apparatur, die nicht vollkontinuierlich arbeitet, da die langsamer wandernde Verbindung nicht vom Säulenmaterial abgelöst, sondern gemeinsam mit dem Säulenmaterial gesammelt wird. Als Säulenmaterial dient Di-n-butylphthalat (40 Gew.-%) auf Sterchamol (Korndurchmesser 0,3—0,4 mm). Als Trägergas dient Stickstoff, die Arbeitstemperatur beträgt 21° C, die Säule ist 1 m lang und hat einen Durchmesser von 0,98 cm². — *Bedingungen zur Trennung.* Es wird angenommen, daß ein Optimum der Trennungsbedingungen erzielt wird, wenn die Materialgeschwindigkeit u_{ma} (stat. Phase + Trägermaterial) dem Mittelwert der Wanderungsgeschwindigkeit der beiden Komponenten entspricht. Sind die R_f-Werte der beiden Komponenten, die Gasströmung S durch die Säule (Volumen/Zeit), der freie Raum im Säulenmaterial F_g bekannt, dann ergibt sich die erforderliche Materialgeschwindigkeit nach

$$u_{ma} = \frac{(R_{f_1} + R_{f_2})}{2 \cdot F_g \left[1 - \frac{1}{2}(R_{f_1} + R_{f_2})\right]} \cdot S.$$

Zusätzlich müssen noch berücksichtigt werden: 1. der Druckabfall und die damit verbundene Strömungsänderung und 2. Abweichungen in den R_f-Werten auf Grund von Unterschieden in der Schüttdichte des Säulenmaterials. — *Versuchsergebnisse.* Die mitgeteilten Chromatogramme der Gase vom Säulenkopf bzw. Säulenfuß lassen erkennen, daß das aufgegebene Gemisch (i-Butan 12,7; n-Butan 30,3; trans-Buten 23,3 und cis-Buten 33,7 Vol-%) vollständig in i- + n-Butan einerseits und trans- + cis-Buten andererseits aufgetrennt werden kann ($u_{ma_2} = 12{,}4$ cm/min; $S = 43$ ml/min; $F_g = 0{,}62$ cm²; Verhältnis Gasgemisch/Trägergas 0,15; relativer Druckabfall in der Säule $\Delta p/p = 0{,}02$). Unter ähnlichen Bedingungen ist das gleiche Gasgemisch zwischen trans-Buten und cis-Buten getrennt worden. Das am Säulenkopf abgenommene Produkt ist frei von cis-Buten. In der am Säulenfuß genommenen Probe befindet sich etwas trans-Buten neben cis-Buten, da die Materialgeschwindigkeit nicht beim optimalen Mittelwert der Wanderungsgeschwindigkeit der Komponenten liegt.

[1] Brennstoff-Chemie **39**, 148—153 (1958). T. H. Karlsruhe. D. Jentzsch

Über die Anwendung der Fällungspapierchromatographie zur Analyse anorganischer Kationen berichtet F. N. Kulaev[1] in Fortsetzung früherer Arbeiten[2]. Verf. untersucht eingehend die qualitativen und quantitativen Zusammenhänge zwischen der Konzentration der zu bestimmenden Kationen und der Größe der im Chromatogramm gebildeten Zonen. In Tabellenform werden die nach der Methode des Verf. bestimmten Grenzkonzentrationen und Empfindlichkeiten für etwa 25 verschiedene Kationen mitgeteilt. Für die Verwendung des Verfahrens zur quantitativen Bestimmung der Kationen empfiehlt Verf. die von Šemjakin u. Mitarb. vorgeschlagene Methode der Grenzverdünnung[3]. Bei dieser Methode wird die zu untersuchende Lösung soweit verdünnt, bis das zu bestimmende Kation sich gerade nicht mehr im Chromatogramm nachweisen läßt. Mit Hilfe der bekannten Grenzkonzentration läßt sich dann aus dem Verdünnungsgrad die ursprüngliche Konzentration des Kations berechnen. Die so im Tropfenmaßstab durchgeführten Bestimmungen weisen Fehler von 0,45—18,9% auf, weshalb Verf. die Methode als Schnellverfahren für Betriebskontrollen oder Übersichtsanalysen empfiehlt. Wegen der Zahlenwerte für die Grenzkonzentrationen und Nachweisempfindlichkeiten muß auf das Original verwiesen werden.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 172—179 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Staatl. Pädagog. Inst. Gorki (UdSSR). — [2] Varichev, D. A., u. F. N. Kulaev: Arbeiten der Kommission f. anal. Chemie, VI (IX). Akad. Wiss. UdSSR **1955**, 527, 528, 530. — [3] Šemjakin, F. M.: Untersuchungen im Gebiete der Chromatographie. Akad. Wiss. UdSSR, **1952**, 186. H. Wunderlich

Über die Endpunktsbestimmung bei potentiometrischen Mikroanalysen hat F. L. Hahn[1] Untersuchungen angestellt, die ergeben, daß das von Kolthoff empfohlene Verfahren, den Nullwert der zweiten Differenzen als Endpunkt anzusehen, grob falsche Resultate liefert. Der Verf. schlägt einfache, bereits früher[2] beschriebene Interpolationsverfahren vor, die den Titrationsfehler auf weniger als ein Zwanzigstel des einzelnen Reagenszusatzes herabdrücken.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 395—401 (1958). — [2] Hahn, F. L., diese Z. **163**, 169 (1958). A. Kurtenacker

Polarographie. Von G. C. Barker[1] sind erneut die Grundzüge und die Theorie der „*Square wave*"-*Polarographie*[2] beschrieben und mit den von vielen Seiten mitgeteilten Ergebnissen am Mervyn Instruments-Polarograph verglichen worden, der mit einer Frequenz der überlagerten Rechteckimpulse von 225 Hz arbeitet. Gleichzeitig wird über Versuche zur Glättung der Polarogramme berichtet, die z. B. durch Siliconisieren der Tropfcapillaren, aber wirksamer noch durch die in Abb. 1 angegebene neue Form des Auslaufs der Capillare erreicht werden kann. Auch über neue Versuche zur Erweiterung der unteren Nachweisgrenze von Depolarisatoren mit abgewandelten Meßtechniken wird berichtet. Hervorgehoben werde an dieser Stelle nur die Aufnahme von „R.F.-Polarogrammen", die bei Aufnahme mit einem amplitudenmodulierten Polarisationsstrom von 100 KHz bis 6,4 MHz (Radiofrequenz = R.F.) gewonnen werden. Sie sind besonders gut reproduzierbar und lassen bei fast gleicher Auflösung deutlich erhöhte Empfindlichkeiten erzielen: reversibel reduzierbare Metallionen sind in $2 \cdot 10^{-7}$ m Lösung, viele irreversibel reduzierbare Ionen noch in 10^{-8} m Lösung analysierbar. In einer speziell angegebenen Mikrozelle für 0,02 ml sind in 2 m KCl-Lösung 10^{-9} g Pb, $1{,}5 \cdot 10^{-9}$ g Cu und $0{,}8 \cdot 10^{-10}$ g Zn nebeneinander vorzüglich nachweisbar. Die Ergebnisse zu diesem nur im Blockschaltbild angegebenen Verfahren und das Verfahren selbst sollen noch ausführlich beschrieben werden.

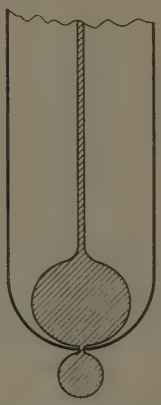

Abb. 1. Tropfcapillare nach Barker

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **18**, 118—131 (1958). Atomic Energy Res. Establ., Harwell, Berks. (England). — [2] Barker, G. C., u. J. L. Jenkins, Analyst **77**, 685 (1952); vgl. diese Z. **140**, 45 (1953). K. Cruse

Über die Anwendung von technischem Propangas zum Entlüften der Lösungen für die Polarographie hat O. Kempiński[1] Versuche angestellt. Unter der Voraussetzung, daß das Gas frei von ungesättigten Verbindungen ist (Prüfung mit Brom, ferner mit Cadmiumacetat auf H_2S und mit $AgNO_3$ auf Mercaptane), ist das Propangas zur Entlüftung wäßriger Lösungen geeignet, denn es gibt weder in sauren, noch in neutralen oder alkalischen Lösungen eigene polarographische Stufen und hat auch keinen Einfluß auf den Verlauf der polarographischen Maxima. In bezug auf die Kinetik der Entfernung der Luft aus den Lösungen unterscheidet sich Propan nicht von den sonst verwendeten Gasen (N_2, CO_2). Dagegen besteht bei Anwendung von Propan Gefahr des Wiedereintritts von Luftsauerstoff in die Lösung; bei Stickstoff ist diese Gefahr geringer, CO_2 bietet den besten Schutz. Der Verf. empfiehlt deshalb, das Propangas unmittelbar unter der

Tropfcapillare in die Lösung einzuleiten und unverzüglich zu polarographieren. Ob es möglich ist, Propangas auch zum Entlüften nicht wäßriger Lösungen zu verwenden, muß in jedem Einzelfall geprüft werden.

[1] Chem.analit.(Warszawa)**1**, Nr.2—3, 101—105 (1956)[Polnisch]. A. KURTENACKER

Eine Flüssigkeitsmeßkammer zur Messung flüssiger Proben nach dem Scintillationsverfahren beschreibt S. GREENFIELD[1]. Das Gerät eignet sich für Nuclide mit niederer β-Energie, wie z. B. ^{35}S (0,167 MeV), bei denen man die herkömmliche Technik der Messung mit einem Scintillationszähler nicht benutzen kann, da die emittierten Teilchen bereits durch die Wandung des die Flüssigkeit enthaltenden Glasgefäßes absorbiert werden. Die beschriebene Meßkammer (Abb. 2) dient nicht nur als Flüssigkeitsbehälter, sondern besteht gleichzeitig aus einem phosphorescierenden Material (*Pamelon*, Isotope Developm. Ltd., Aldermaston, Berks.), durch das die Energie der schwachen β-Teilchen in Lichtenergie umgewandelt wird, die mit einem Photomultiplier gemessen werden kann. Die Kammer kann in reproduzierbarer Weise unter Zwischenschaltung eines dünnen Films von Siliconöl als optischem Kontakt auf den Photomultiplikator aufgesetzt werden, was hinsichtlich konstanter Versuchsbedingungen sehr wesentlich ist. Da Pamelon hoch lichtempfindlich ist, ist die Kammer so konstruiert, daß bei fertig montiertem Meßkopf die Probe in die lichtgeschützte Kammer eingefüllt, gemessen und hernach die Kammer wieder entleert und gereinigt werden kann, ohne daß irgendeine Manipulation bei Tageslicht vorzunehmen ist. — Der Verlauf der eigentlichen *Messung* gestaltet sich folgendermaßen: Ungefähr 40 ml der radioaktiven Lösung werden über den Trichter *C* in die „Pamelon"-Kammer eingefüllt. Nach der Messung werden 5 ml Wasser zugefügt, wodurch die Meßkammer über das Siphonrohr *A* sich entleert. Auf diesem Wege kann über *C* die Kammer auch ausgespült (Nulleffekt prüfen!) und für die nächste Messung vorbereitet werden. Rohr *B* dient lediglich dem Druckausgleich zwischen Kammer und Atmosphäre. — Die Messungen mit der beschriebenen Kammer zeigen Proportionalität zwischen der gemessenen Aktivitätsrate und der Konzentration einer eingefüllten ^{35}S-Lösung.

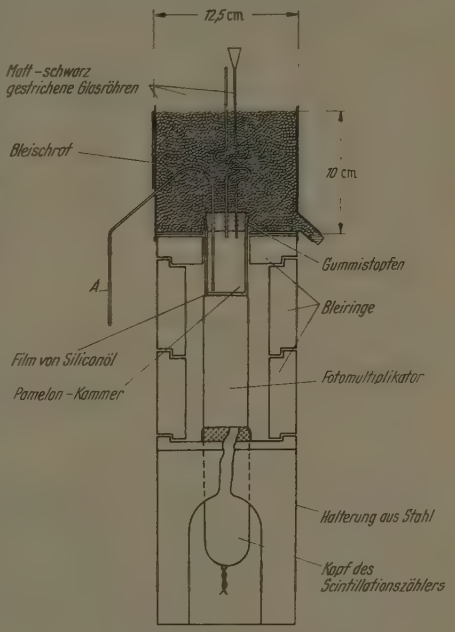

Abb. 2. Meßkammer nach GREENFIELD

[1] Analyst **83**, 114—116 (1958). Coll. Techn. Wolverhampton und Albright & Wilson Ltd., Birmingham (England). H. REUTER

Die Anwendung der Prinzipien der totalen Ionisation auf die massenspektrometrische Analyse empfehlen G. F. Crable und N. D. Coggeshall[1]. Trägt man das Molekulargewicht homologer Reihen von Kohlenwasserstoffen, wie Paraffinen, Naphthenen usw. gegen die totale Ionisation je Mikroliter Substanz auf, so erhält man Geraden, die für die verschiedenen Reihen parallel laufen, wobei Paraffine die höchsten Ionisationswerte aufweisen. Die totale Ionisation je Einheit flüssigen Volumens wird durch Änderungen des Molekulargewichts besonders bei Paraffinen nur wenig beeinflußt. Die Verff. zeigen, wie man mit Hilfe des Verfahrens der totalen Ionisation ohne Kenntnis des Molekulargewichtes der Komponenten eines Gemisches z. B. eine Gruppenanalyse von Naphtha im Bereich von C_7 bis C_{10} ausführen und das Ergebnis in Volumprozenten erhalten kann. Desgleichen ist es möglich, die für ein spezielles Massenspektrometer ermittelten Eichpatterns mit Hilfe der totalen Ionisation je Einheit flüssigen Volumens auf jedes beliebige andere Massenspektrometer relativ leicht umzurechnen. Hierdurch werden die Kalibrierungen sehr erleichtert, besonders wenn entsprechende reine Eichsubstanzen nicht zu beschaffen sind, aber Patterns für ein anderes Massenspektrometer von dieser Substanz vorhanden sind.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 310—313 (1958). Gulf Res. & Developm. Co, Pittsburgh, Pa. (USA). — Vgl. auch Hood, A.: Analyt. Chemistry **30**, 1218—1220 (1958). J. Rasch

Quantitative Sedimentationsanalyse. W. Kromrey[1] beschreibt im Anschluß an seine frühere Mitteilung[2] die *Bestimmungen von Lipoidphosphor, Gesamteiweiß, Reststickstoff* und *Harnstoff im Serum* nach dem Verfahren der Sedimentationsanalyse. Zur Phosphorbestimmung wird das zu untersuchende Serum mit Alkohol-Äther aufgekocht, das Filtrat wird mit Schwefelsäure-Salpetersäure verascht; in der erhaltenen Lösung erfolgt die Fällung und Bestimmung der Phosphorsäure als Ammoniumphosphormolybdat. Für die anderen genannten Bestimmungen wird der organische Stickstoff in Ammoniumion übergeführt, das mit Nesslers Reagens als OHg_2NH_2J gefällt und in dieser Form gemessen wird. Dabei stören vorhandene Kaliumionen nicht, während sie bei der früher[2] empfohlenen Fällung als $(NH_4)_3[Co(NO_2)_6]$ zunächst entfernt werden müssen. Zur Bestimmung von Gesamteiweiß wird das Serum wie üblich nach Kjeldahl verascht, die Bestimmung des Reststickstoffs erfolgt in dem mit Trichloressigsäure enteiweißten Serum nach dem Kjedahlisieren, zur Harnstoffbestimmung wird das Serum mit Natriumwolframat-Schwefelsäure enteiweißt und dann mit Urease im Zentrifugat behandelt. Für alle Bestimmungen sind ausführliche Arbeitsvorschriften angegeben.

[1] Röntgen- u. Laborat.-Praxis **11**, L87—L92 (1958). — [2] Kromrey, W.: Ärztl. Laborat. **4**, 19 (1958); Röntgen- u. Laborat.-Praxis **11**, L19 (1958); vgl. diese Z. **165**, 132 (1959). A. Kurtenacker

Über die Anwendbarkeit des Selenharnstoffs in der analytischen Chemie haben A. T. Pilipenko und I. P. Sereda[1] Untersuchungen angestellt. 1 m Lösungen von Schwermetallsalzen ergeben mit 0,4 m Selenharnstoff (SH)-Lösungen die folgenden *qualitativen Reaktionen.* Fe^{3+} gibt einen rosagetönten Niederschlag, der in Wasser mit rötlichgelber Farbe löslich ist; Cu^{2+} einen weißen, im Überschuß des SH-Reagenses löslichen (i. Ü. l.) Niederschlag; Hg^{2+} weißen Niederschlag, i. Ü. l.; Hg_2^{2+} schwarzen Niederschlag (wohl metall. Hg); Pb^{2+} kristallinen, blaßgelben i. Ü. unlöslichen Niederschlag; Ag^+ weißen Niederschlag, i. Ü. l.; Sn^{2+} blaßgelben, kristallinen Niederschlag, i. Ü. l. mit gelber Farbe; Sn^{IV} lösliche, gelbe Komplexverbindung; $Sb^{III,V}$ wie bei Sn, jedoch stärker gefärbt; $As^{III,V}$ lösliche, schwach gelbe Verbindung; Pd^{2+} roten Niederschlag, i. Ü. l. mit roter Farbe; Au^{III} schmutziggelben

Niederschlag, i. Ü. l.; MoO_4^{2-} wird zu Molybdänblau reduziert; VO_3^- Blaufärbung der Lösung, Reduktion zu V^{IV}; WO_4^{2-} wird zu Wolframblau reduziert. Mit den Ionen Fe^{2+}, Cr^{3+}, Ni, Co, Mn, Cd, Zn erfolgt keine sichtbare Reaktion. Für die große Stabilität der SH-Komplexe spricht, daß z. B. AgJ, CuJ und HgJ_2 sich leicht in SH-Lösungen lösen. Bi gibt mit SH 2 lösliche Komplexe: einen gelben, der in maximaler Menge beim Verhältnis Bi:SH = 1:9 entsteht, und einen roten beim Verhältnis 1:12. Das Absorptionsmaximum des gelben Komplexes liegt bei 405 mμ, das des roten Komplexes bei 510 mμ. Außerdem sind Maxima im UV-Gebiet vorhanden. Die gemessenen Instabilitätskonstanten betragen annähernd: 10^{-2} (gelb), $10^{-2,5}$ (rot). Die Empfindlichkeit des Wismutnachweises beträgt für den roten Komplex 2,5 μg/ml, für den gelben 1 μg/ml.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 3—10 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Kiev.
A. v. Wilpert

Über die Anwendung von Natriumhypochloritlösung als oxydierender Maßflüssigkeit zur *Bestimmung von Arsen(III)-oxyd, Hydrazinsulfat, Eisen(II)-ammoniumsulfat, Zinn(II)-chlorid, Natriumsulfit, Kaliumjodid, Quecksilber(I)-chlorid, Thallium(I)-chlorid und Kaliumantimonyltartrat* berichten B. Singh und S. Singh[1]. — *Ausführung.* Man versetzt eine passende Einwaage mit etwa 10 ml Wasser, 20 ml konz. Salzsäure, 5 ml 0,2 m Jodmonochloridlösung und 5 ml Chloroform, kühlt auf Raumtemperatur und läßt 0,1 n Natriumhypochloritlösung in kleinen Portionen unter starkem Schütteln zufließen, bis die Chloroformschicht, die zunächst violette Farbe angenommen hat, beim letzten Tropfen blaßgelb wird. Der Farbumschlag ist sehr scharf. Die Salzsäurekonzentration soll in den Grenzen 5 n bis 7 n liegen. Die Analysenergebnisse sind sehr genau.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 10—11 (1958). Panjab Univ. Coll., Hoshiarpur (Indien). A. Kurtenacker

Dialkyl- und Diaryldithiophosphorsäuren als analytische Reagentien. A. I. Busev und M. I. Ivanjutin[1] haben frühere Untersuchungen[2] fortgesetzt und berichten nun über den *Nachweis und die quantitative Bestimmung von Palladium* mit Hilfe der Dialkyl- und Diaryldithiophosphate des Nickels oder Kaliums. Die *Nachweisempfindlichkeit* mit Dimethyl- oder Diäthyldithiophosphat in 0,1 n Salzsäure beträgt 1 μg Pd bei der Grenzverdünnung 1:1000000. Das Palladium fällt in Form eines feinkristallinen, gelborange gefärbten Niederschlages. *Zur gewichtsanalytischen Bestimmung* versetzt man 0,5—2 ml $PdCl_2$-Lösung, die 1—3 mg Pd enthält, mit dem 1,5—2fachen Überschuß von 0,025 m Nickeldiäthyldithiophosphatlösung und läßt 1 Std stehen. Danach filtriert man in einen Porzellan-Mikrofiltertiegel, wäscht 3mal mit Wasser, trocknet bei 105° C und wägt als $[(C_2H_5O)_2PSS]_2$ Pd (Umrechnungsfaktor auf Pd = 0,2236). In Anwesenheit von Platin fügt man der Lösung vor dem Fällen einen $NaHSO_3$-Überschuß zu. Fe, Cu und Pb werden durch 0,5 g ÄDTA und 1,5 g Seignettesalz in Lösung gehalten, wenn man mit Ammoniak $p_H \approx 9$ einstellt. Ni, Co, Al, Zn, Cr u. a. Elemente stören nicht. — *Die visuelle Titration von Palladium* wird durchgeführt, indem man zu 1—2 ml $PdCl_2$-Lösung Kaliumjodid bis zur Konzentration 0,5 g/ml, außerdem das gleiche Lösungsvolumen 2 m Salzsäure zusetzt und die kirschrote Lösung mit einer Lösung von Nickeldiäthyldithiophosphat bis zur Braunfärbung und Bildung eines gelben Niederschlages titriert. In Anwesenheit von Platin fügt man der mit KJ versetzten Lösung den 10—20fachen Überschuß an $NaHSO_3$ zu, säuert dann an und titriert wie oben. wobei Cu stört. Thioharnstoff oder Natriumnitrit sind zur Maskierung von Platin ungeeignet. — *Spektrophotometrische Bestimmung.* Man versetzt die 0,015—0,10 mg Pd enthaltende Lösung mit 1—2 ml 0,005 n Nickel-

diäthyldithiophosphatlösung, gibt das gleiche Volumen 2 m Salzsäure oder 50%ige Essigsäure zu und extrahiert das Palladium durch 3maliges Ausschütteln mit (10, 5 und 5 ml) Tetrachlorkohlenstoff. Die organische Phase wird zur Entfernung des Reagensüberschusses mit dem gleichen Volumen Wasser oder 1 m Natronlauge ausgeschüttelt, filtriert, das Filtrat wird mit CCl_4 auf 25 ml aufgefüllt. Die Extinktion dieser Lösung wird bei 295 mμ gemessen. Sind größere Pd-Mengen zugegen, so mißt man bei 340 mμ. Das Beersche Gesetz ist in diesem Falle im Bereich 0,16 bis 1,1 mg Pd je 25 ml Lösung erfüllt. In Gegenwart von Platin gibt man der zu analysierenden Lösung vor dem Ansäuern etwa 0,1 g $NaHSO_3$ zu. Außer neben Pt kann die spektrophotometrische Pd-Bestimmung auch neben Ni, Cu, Fe, Au, Pb, Sb u. a. Metallen durchgeführt werden. Die gleichzeitige Gegenwart von Cu und Fe stört aber. — Zur *amperometrischen Bestimmung* titriert man an der Platin-Mikroanode in 0,1 n Salzsäure mit Diäthyldithiophosphatlösung bei einer angelegten Spannung von +0,8 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode). — Andere Dithiophosphorsäuren (Dimethyl- Diisobutyl-, Diphenyl-, Dibenzyl-dithiophosphorsäuren) können auch zur Pd-Bestimmung angewendet werden, bieten jedoch keine Vorzüge gegenüber der Diäthylsäure. Zur Extraktion sind CCl_4 und $CHCl_3$ gleich gut geeignet.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 18—30 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zusfass.) Lomonosov-Univ., Moskau. — [2] Busev, A. I., u. M. I. Ivanjutin: Ž. anal. Chim. **11**, 523 (1956); vgl. diese Z. **158**, 38 (1957). A. v. Wilpert

Neue Komplexone[1]. R. P. Lastovskij, Ju. I. Vainštein, N. M. Djatlova und I. D. Kolpakova[2] haben folgende neuen Komplexone untersucht und zum Teil erstmalig synthetisiert. *Methylamindiessigsäure* (I), *Benzylamindiessigsäure* (II), *Benzhydrylamindiessigsäure* (III) und *α,α',α''-Triamindibenzyldiphenylmethanhexaessigsäure* (IV). Ähnlich wie bei den früheren Arbeiten[1] bringen die Verff. die Komplexone mit 18 verschiedenen Metallionen zusammen, messen polarographisch die Verschiebung der Halbstufenpotentiale bei einer Reihe von p_H-Werten und finden damit die Existenzbereiche und die Stabilität der Metallkomplexe. So verschiebt sich das Halbstufenpotential von Bleiion bei p_H 9,35 von —0,18 V mit I auf —0,52 V, mit II auf —0,56 V, mit III verschwindet die polarographische Welle. Bei Cadmium wird das Auftreten einer zweiten Welle beobachtet, die nach längerem Stehen verschwindet. Mit steigendem Molgewicht des Komplexons nimmt die Neigung zu Komplexbildungen zu. Es werden einige Instabilitätskonstanten solcher Verbindungen bestimmt. Das hochmolekulare Komplexon IV bildet mit Kationen intermediäre Komplexverbindungen, die auf das Vorhandensein der 3 komplexbildenden Gruppen zurückzuführen sind.

[1] Frühere Arbeiten siehe R. P. Lastovskij, Ju. I. Vainštein, N. M. Djatlova, V. Ja. Tomkina und I. D. Kolpakova: Ž. anal. Chim. **10**, 128 (1955); **11**, 405 (1956); vgl. diese Z. **149**, 137 (1956); **156**, 128 (1957). — [2] Ž. anal. Chim. **13**, 31—35 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Allunions Forsch.-Inst. Reagentien. Moskau. A. v. Wilpert

Neue Indicatoren für die Komplexometrie. R. Belcher, M. A. Leonard und T. S. West[1] beschreiben die N,N-Di-(carboxymethyl)-aminomethylderivate einiger Hydroxyanthrachinone (1,2-Di-, 1,2,5-, 1,2,6- und 1,2,7-Tri- und 1,2,5,8-Tetrahydroxyanthrachinon), die durch die Mannich-Reaktion aus Hydroxyanthrachinon, Formaldehyd und Iminodiessigsäure entstehen. Insbesondere untersuchen sie die Eigenschaften der *1,2-Dihydroxyanthrachinolyl(3)-methylamin-N,N-diessigsäure* (Trivialname: Alizarin-Komplexon). Die Lösung ist bei niedrigen p_H-Werten gelb, wird bei p_H 4,5 rot, bei 7—10 malvenfarbig und bei 11,5 violett. Die Verbindung

bildet bei p_H 4,5 rote Chelate mit Co^{2+}, Ni^{2+}, Pb^{2+}, Zn^{2+}, La^{3+}, Hg^{2+} und Cu^{2+}, bei p_H 10—11 malvenfarbige Chelate mit Ca^{2+}, Ba^{2+}, Sr^{2+} und Cd^{2+}. Die Substanz ist gut geeignet als Indicator für die komplexometrische Titration von Pb^{2+} und Zn^{2+} bei einem p_H-Wert von 4,3 und Zimmertemperatur und die Titration von Co^{2+}, die jedoch besser bei 70°—80° C durchgeführt wird. Die Fehler betragen nur 0,1 bis 0,2%. In^{3+} kann bei p_H 4 und 70°—80° C titriert werden; einen noch besseren Umschlag gibt in diesem Falle das 1,2,5-Derivat (Trivialname: Alizarinbordeaux-Komplexon). Eine 0,5%ige Indicatorlösung stellt man her, indem man 2 Tr. konz. Ammoniak und anschließend 7—8 Tr. 20%ige Ammoniumacetatlösung auf die Substanz gibt und dann zum erforderlichen Volumen verdünnt. Dieser Indicator ist dem sonst sehr gut verwendbaren Xylenolorange in den Fällen überlegen, in denen die Titration bei p_H 5—6 von anderen Ionen gestört wird und eine Titration bei niedrigeren p_H-Werten, etwa 4,3—3,8 vorzuziehen ist. Die untersuchte Verbindung ist auch für die Titration von Ba^{2+}, Ca^{2+} und Cd^{2+} brauchbar, jedoch zeigt sie keine Vorteile gegenüber den bisher üblichen Indicatoren. — Die Substanz bildet mit Ce^{3+} und Th^{4+} farbige Chelatverbindungen, die nicht wie die Alizarin S-Chelate von Fluorid und ÄDTA zerstört werden. Damit ist die Möglichkeit einer colorimetrischen Bestimmung der beiden Ionen auf dieser Grundlage gegeben.

[1] J. chem. Soc. (London) **1958**, 2390—2393. Univ. Birmingham (England).
MARGOT ZIMMERMANN

Über die Empfindlichkeit der Indicatoren und über die Titrationsfehler in der Komplexometrie stellen J. KÖRBL und R. PŘIBIL[1] theoretische Betrachtungen an. Nach Ansicht der Verff. wirkt der komplexometrische Indicator analog wie der Indicator in der Acidimetrie. Die beiden Arten von Indicatoren können daher theoretisch gleichwertig behandelt werden, wenn man nur an Stelle des für den Farbumschlag von acidimetrischen Indicatoren maßgebenden p_H-Begriffes den Begriff der Empfindlichkeit bei den komplexometrischen Indicatoren einsetzt. Die entsprechenden mathematischen Gleichungen werden entwickelt für den Fall der Titration der reinen Lösung eines Kations, für die durch begleitende Kationen und durch Komplexbildner hervorgerufenen Störungen und schließlich für die durch den Indicator selbst als Komplexbildner verursachten Störungen. Die passende Empfindlichkeit des Indicators hat eine entscheidende Bedeutung für den Erfolg der komplexometrischen Titration. Zum Unterschied von den Verhältnissen in der Acidimetrie ist die optimale Empfindlichkeit des Indicators abhängig von der Konzentration des zu bestimmenden Elementes. Jede komplexometrische Titration ist ähnlich wie die Säure-Basetitration mit systematischen positiven und negativen Fehlern behaftet. Die beiden Fehler kompensieren sich im Falle der optimalen Empfindlichkeit. Den durch fremde Kationen verursachten Fehler kann man, wenn er nicht zu groß ist, durch Verwendung eines weniger empfindlichen Indicators, den durch Komplexbildner verursachten Fehler durch Verwendung eines empfindlicheren Indicators kompensieren.

[1] Chem. Listy **52**, 601-610 (1958) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. Pharm. u. Biochem. u. anal. Labor. Akad. Wiss. Prag (ČSR). A. KURTENACKER

Über neue Fluorescenzindicatoren und ihre Anwendung bei Neutralisationstitrationen berichtet Z. HOLZBECHER[1] in Zusammenhang mit früheren Arbeiten[2]. Von den 13 untersuchten Kondensationsprodukten von Salicylaldehyd fluorescieren im alkalischen Gebiet verhältnismäßig stark blau, blauviolett oder blaugrün die folgenden 6 Produkte (die Zahlen in Klammern geben die maximale Fluorescenzintensität der 10^{-5} m Lösungen im Verhältnis zur Fluorescenz der 10^{-5} m Lösung

von Chininsulfat in 0,1 n Schwefelsäure an, wenn man diese gleich 100 setzt; gemessen wird bei 445 mμ): *o-Hydroxyphenylbenzthiazol* (500), *o-Hydroxyphenylbenzoxazol* (170), *o-Hydroxyphenylbenzimidazol* (150), *Salicylaldehydsemicarbazon* (50), *Salicylaldehydacetylhydrazon* (100), *Salicylaldehydthiosemicarbazon* (30). Sehr schwache Fluorescenz zeigen das Oxin des Salicylaldehyds, ferner Salicyliden-o-aminophenol, -m-aminophenol, -p-aminophenol, -o-anisidin, -anilin und -semioxamazon. Die fluorimetrisch und titrimetrisch bestimmten Dissoziationskonstanten der 13 Verbindungen sind in der Originalarbeit angegeben. Zur Titration von 0,1 n Lösungen von Salz-, Schwefel- und Salpetersäure mit 0,1 n NaOH-Lösung sind die kursivgedruckten 6 Produkte gut geeignet. Die Titrationsergebnisse stimmen mit den mit Methylorange als Indicator erhaltenen Werten innerhalb der üblichen Fehlergrenzen überein. 0,1 n Essigsäure kann nur mit den ersten drei Stoffen, 0,1 n Phosphorsäure nur mit o-Hydroxyphenylbenzoxazol (zur 2. Stufe) titriert werden. Die Titrationen erfolgen unter Zusatz von 1—2 Tr. der 0,1%igen alkoholischen Indicatorlösung zu 25 ml der zu bestimmenden Säure. Titriert wird bis zum Auftreten der ersten schwachen Fluorescenz bei Beobachtung im UV-Licht und Vergleich mit einer „austitrierten" Lösung.

[1] Chem. Listy **52**, 425—429 (1958) [Tschechisch]. Chem.-technol. Hochsch. Prag (ČSR). — [2] Holzbecher, Z.: Chem. Listy **47**, 680, 1023 (1953); **48**, 1156, 1160 (1954); **49**, 684, 1030, 1162 (1955); vgl. diese Z. **142**, 380 (1954); **148**, 201 (1955/56); **150**, 223 (1956); **152**, 280 (1956). A. Kurtenacker

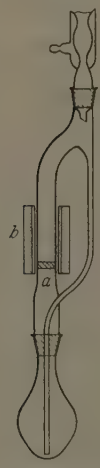

Abb. 1. Bromierungsapparatur aus Quarzglas nach Pohl. *a* Quarzfritte, *b* Röhrenofen

Zur Vermeidung des Einschleppens von Verunreinigungen bei der Darstellung und Analyse hochreiner anorganischer Substanzen gibt F. A. Pohl[1] allgemeine Hinweise. Dazu gehören u. a. die Vermeidung von anorganischen Salzen als Reagentien, die Verwendung besonders gereinigter Säuren und Solventien, definierte Gefäßmaterialien und peinliche Sauberkeit von Arbeitsplätzen und Geräten. Darüber hinaus werden zwei Laboratoriumsapparaturen beschrieben, die bei analytischen Arbeiten das Einschleppen von Verunreinigungen aus der Laboratoriumsluft verhindern. Die eine Apparatur aus Quarz dient zur Verflüchtigung von Lösungsmitteln und zur Veraschung von Substanzen im Muffelofen. Das Gefäß besitzt oben eine weite Schlifföffnung zum Einlegen des Quarztiegels mit der Probe, seitlich ein enges Einleitungsrohr zum Durchleiten eines gereinigten inerten Gases und gegenüber ein weiteres Rohr mit Schliff zum Abführen der Dämpfe. Das Gerät ist so dimensioniert, daß es in einen handelsüblichen Muffelofen paßt. — Die zweite beschriebene Apparatur aus Quarzglas dient zum Aufschluß der Proben (Abb. 1). Es können damit unzerkleinerte Proben bis zu 10 g (reinstes Silicium oder andere Metalle) durch Bromierung oder mit Säuren in kurzer Zeit gelöst werden. Durch das Rückflußprinzip der Apparatur ist der Chemikalienverbrauch gering. Blindwertversuche ergeben keine meßbaren Mengen von Bor oder Metallspuren.

[1] Chemie-Ing.-Techn. **30**, 347—348 (1958). AEG-Forschungsinstitut Belecke. H. Specker

Zur Kristallwasserbestimmung durch Absorption an Phosphorpentoxyd hat R. Uggla[1] eine Apparatur konstruiert (Abb. 2), die aus dickwandigem Plexiglas hergestellt wird. — *Arbeitsweise.* Die Testsubstanz wird in ein Reagensglas eingewogen und in den seitlichen Ansatz *d* der Apparatur eingebracht. Ein zweites Reagensglas (bei *c*) wird mit Phosphorpentoxyd beschickt und mit getrockneter Baumwolle verschlossen. Anschließend wird die Apparatur bei *a* zugeschmolzen. Man evakuiert, bis ein konstanter Druck beobachtet werden kann, verschließt dann das System bei *b*, erhitzt die Probe einige Zeit mit einer Bunsenflamme (falls die Substanz beim Erhitzen Jod oder dgl. abgibt, muß bei *e* gekühlt werden) und bestimmt nach etwa 1 Woche die Gewichtszunahme des Absorptionsröhrchens. Wird der Druck in der Apparatur durch die Zersetzungsprodukte nur unwesentlich erhöht, kann die Absorptionsdauer entsprechend abgekürzt werden.

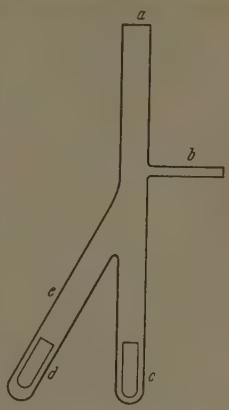

Abb. 2. Apparatur zur Kristallwasserbestimmung nach Uggla

[1] Naturwissenschaften **45**, 163 (1958). Inst. Technol, Helsinki (Finnland). K. Machner

Die freie Säure in Lösungen hydrolysierbarer Salze bestimmen G. L. Booman, M. C. Elliott, R. B. Kimball, F. O. Cartan und J. E. Rein[1] in Gegenwart von Oxalat als Komplexbildner durch Titration auf denjenigen p_H-Wert, bei welchem die noch verbleibende Säure dem Gehalt an Schwermetallionen äquivalent ist. Dieser p_H-Wert ist je nach dem vorliegenden Metall (Al, Fe, Ni, Cr usw.) verschieden und muß vorher ermittelt werden. Hierzu titriert man zunächst oxalatfreie Lösungen der betreffenden Salze konduktometrisch, wobei der Knickpunkt der Leitfähigkeits-Titriermittelverbrauchskurve den stöchiometrischen Neutralpunkt anzeigt. Bei der folgenden Titration in Gegenwart von Oxalat liegt der gesuchte p_H-Wert dort, wo man ebensoviel Titriermittel verbraucht hat wie bei der konduktometrischen Titration. Um zu vermeiden, daß infolge von Hydrolyse die Knickpunkte bei der Leitfähigkeitstitration unscharf werden, titriert man je 25 ml 1,5 m Lösungen der Metalle in 1 n Salpetersäure mit 10 n Natronlauge. Zur Titration in Gegenwart von Oxalat bringt man je 15 ml 8%ige Kaliumoxalatlösung mit freier Oxalsäure auf verschiedene p_H-Werte, fügt je 0,200 ml Probenlösung mit 0,002–1,0 Milliäquivalenten freier Säure hinzu und titriert mit Natronlauge jeweils auf den ursprünglichen p_H-Wert zurück. Der „richtige" p_H-Wert ist dann derjenige, bei welchem man dem Alkaliverbrauch bei der Leitfähigkeitstitration am nächsten gekommen ist. Bei der Reihenanalyse von Lösungen derselben Salze geht man von diesem p_H-Wert aus und titriert auf ihn zurück. Liegt ein Salzgemisch vor, z. B. eine Lösung von nichtrostendem Stahl, so sucht man auf dieselbe Weise einen mittleren p_H-Wert, der brauchbar bleibt, solange das Verhältnis der Metallionen sich nicht zu sehr ändert. — Obwohl die Leitfähigkeitstitration allein schon die freie Säure anzeigt, zieht man bei Reihenuntersuchungen wegen der großen Zeitersparnis den p_H-Wert zur Endpunktsanzeige vor.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 284–287 (1958). Phillips Petroleum Co., Idaho Falls, Idaho (USA). F. Neumann

Hochfrequenztitrimeter. Y. Conseiller und J. Courteix[1] beschreiben ein neues Hochfrequenztitrimeter, das bei 2 MHz arbeitet, und berichten über eine ganze Reihe von Titrationen organischer Basen mit Überchlorsäure in wasserfreier

Essigsäure. 0,1—0,3 Milliäquivalente in 10—15 ml werden mit 0,1 n Überchlorsäure auf $\mp 1\%$ genau erfaßt, entsprechend $\pm 0{,}01$ ml 0,1 n Lösung. In kapazitiver Zelle nach Abb. 1 (oder anderen im Original abgebildeten Zellen für empfindlichere Messungen) werden titriert: *Natriumacetat, Kaliumhydrogenphthalat, Natriumsalicylat, Diphenylguanidin, Glykokoll, Betain, Betaincitrat, Cholincitrat, Coffein, Theophyllinmonohydrat, Sulfanilamid, Sulfaguanidin, Sulfacetamid, Lomidin, Pethidin, Mescalinchlorhydrat, Kaliumacetat* und *Kaliumlaurat*.

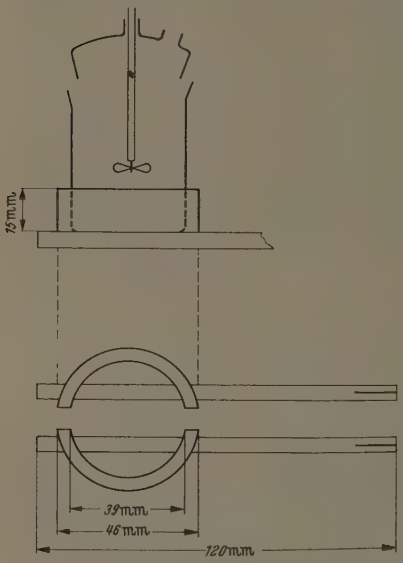

Abb. 1. Hochfrequenztitrierzelle nach Conseiller und Courteix

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **18**, 166—173 (1958). Soc. Usines Chim. Rhône-Poulenc, Vitry s/Seine (Frankreich). K. Cruse

---

II. Analyse anorganischer Stoffe

Die Bestimmung sehr kleiner Mengen von Wasserstoffperoxyd in wäßriger Lösung führen H. Izadian und P. Mergault[1] nach folgender *Arbeitsvorschrift* durch: 1 ml der Lösung wird in ein Reagensglas gegeben. In einem zweiten befindet sich 1 ml bidest. Wasser. In jedes Glas gibt man 1 Tr. Schwefelsäure, kühlt mit fließendem Wasser, versetzt jede Lösung mit 0,335 ml $5 \cdot 10^{-4}$ n $KMnO_4$-Lösung und schüttelt beide Gläser gleich heftig. Die Reaktion ist in 20 sec beendet. Die Färbung beobachtet man vor einer Lichtquelle; bei einem Gehalt von mindestens 10^{-4} g H_2O_2/l tritt eine Farbdifferenz auf. Man läßt dann zur Probenlösung weitere Maßlösung zutropfen und zur Vergleichslösung ebensoviel Wasser. Nach jedem Tropfen vergleicht man in beiden Gläsern die Farbintensitäten. Sind sie gleich geblieben, so ist die Titration beendet. — Das Verfahren wird verwendet, um die durch Röntgenstrahlen in Wasser gebildete Menge an Wasserstoffperoxyd zu messen.

[1] C. R. Acad. Sci. (Paris) **246**, 1547—1550 (1958). G. Denk

Kalium. Nach Versuchen von F. Lupant-André[1] ist es zum *Nachweis von Kalium im Mononatriumphosphat mit Natriumhexanitrokobaltat(III)* nicht notwendig, die Lösung genau zu neutralisieren, wie es das belgische Arzneibuch P.B.IV vorschreibt. Es ist im Gegenteil sogar besser, die Lösung mit Essigsäure etwa auf p_H 4 zu bringen, da bei höheren p_H-Werten die Gefahr besteht, daß ein Niederschlag von Kobaltphosphat ausfällt, der Anlaß zu Irrtümern geben kann.

[1] J. Pharmac. Belgique, N.S. **13**, 63—64 (1958). Freie Univ. Brüssel (Belgien). G. Denk

Die colorimetrische Bestimmung von Silber führt S. Hara[1] mit alkoholischer *Dithizonlösung* aus. Verf. erhält befriedigende Ergebnisse, wenn er die rote Färbung des Silber-Dithizonkomplexes in 100 ml einer ammoniakalischen Lösung, die 0,005% Dithizon enthält, bei 562 mμ in 10 mm Schichtdicke photometriert. 0,1—1,0 ppm Ag befolgen das Lambert-Beersche Gesetz. Die Versuche zeigen, daß 10 ml 0,005%ige Dithizonlösung in 100 ml Meßvolumen die höchsten Meßwerte ergeben. Ein Zufügen von weniger als 10 ml Ammoniak (1:1) verändert die Meßwerte nicht. Die Färbung des Silber-Dithizonkomplexes ist für 2 Std beständig. Der 50fache Überschuß von Kupfer mit ÄDTA, der 50fache Überschuß von Gold und der 100fache Überschuß von Ammoniumnitrat stören nicht.

[1] Jap. Analyst 7, 142—147 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Ind. Res. Inst., Osaka (Japan). H. Pohl

Die colorimetrische Bestimmung von Gold mit *p-Dimethylaminobenzalrhodanin* wird von S. Hara[1] als befriedigend bezeichnet. 100 ml der Probenlösung, die 5 ml 0,003%ige Reagenslösung enthält und mit Salzsäure angesäuert ist, werden bei 562 mμ in 10 mm-Schichtdicke gemessen. Der rotgefärbte Komplex erfüllt von 0,03—0,3 ppm Au das Lambert-Beersche Gesetz. 5 ml Reagenslösung ergeben die höchsten Meßwerte. Eine Änderung der Salzsäurezugabe (1:20) zwischen 3 und 8 ml hat keinen Einfluß auf die Meßergebnisse. Die größte Farbtiefe wird nach 5 min Wartezeit erreicht und ist dann 30 min beständig. Kupfergehalte unter 150 mg, Eisen unter 300 mg, wenn Natriummetaphosphat gleichzeitig anwesend ist, und Silber unter 200 μg bei gleichzeitiger Anwesenheit von Natriumchlorid stören nicht.

[1] Jap. Analyst 7, 147—151 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Ind. Res. Inst. Osaka (Japan). H. Pohl

Für die Bestimmung von Calciumsuperoxyd, -peroxyd, -hydroxyd und -carbonat nebeneinander haben R. S. Johnston, E. D. Osgood und R. R. Miller[1] eine pyrolytische Methode entwickelt. Aus dem Calciumgehalt, dem freigewordenen Sauerstoff und Wasser und aus der Gewichtsabnahme lassen sich die Gehalte an den einzelnen Komponenten errechnen. — *Ausführung.* 1 g der bei 110° C getrockneten Probe erhitzt man im Vakuum 1 Std auf 550° C. Aus der Druckzunahme erhält man nach dem Abkühlen den abgegebenen Sauerstoff. Das Wasser wird in einem Absorptionsgefäß aufgefangen. Außerdem bestimmt man den Gewichtsverlust, der beim Erhitzen eingetreten ist, und das gesamte Calcium durch Fällung als Oxalat. Daraus erhält man nach folgenden Gleichungen die einzelnen Werte: Gew.-$Ca(OH)_2$ = 4,11 · Gew.-H_2O; Gew.-$CaCO_3$ = (0,715 · Gew. d. Rückst. — Gesamt-Ca)/0,315; Gew.-CaO_4 = (Gew.-O_2 — 0,222 · [Einwaage — Gew.-$CaCO_3$ — Gew.-$Ca(OH)_2$])/0.239; Gew.-CaO_2 = Einwaage - Gew.CaO_4 — Gew.-$CaCO_3$ — Gew.-$Ca(OH)_2$. Die für CaO_4 gefundenen Werte stimmen gut mit dem gemessenen Paramagnetismus überein.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 511—513 (1958). Naval Res. Lab., Washington (USA). G. Denk

Seltene Erden. M. Lederer[1] berichtet über neue Versuche zur papierelektrophoretischen Trennung Seltener Erden in 1%iger Citronensäure. Gearbeitet wird auf 25×28 cm großen Papierbogen (Arches Nr. 302). Die Seltenen Erden, in 1 n Salpetersäure gelöst und mit 1 n Ammoniaklösung gefällt, filtriert, gewaschen und schließlich in 1%iger Citronensäure gelöst, werden als 5 μl-Proben aufgegeben und im Elektrophoresegerät (Fa. Jouan, Paris) mit 300 V (6—11 Milliamp.)

$3^1/_2$ Std elektrolysiert. Die Proben werden im seitlichen Abstand von 3 cm aufgegeben. Der von überschüssiger Citronensäurelösung befreite Bogen wird mit alkoholischer, ammoniakalischer Hydroxychinolinlösung gefärbt und im Tages- und im UV-Licht ausgewertet. Die gemessenen Wanderweiten sind, auf Lu und Yb als die Ionen geringster Beweglichkeit bezogen, in Abb. 1 eingetragen und stimmen gut mit der Reihenfolge überein, die auch an Ionenaustauschersäulen erhalten werden.

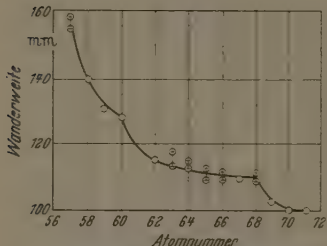

Abb. 1. Beziehung zwischen den relativen elektrophoretischen Beweglichkeiten der Seltenen Erden und den Atomnummern nach LEDERER

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **1**, 86—89 (1958). Inst. du Radium, Paris (Frankreich). K. CRUSE

Thorium. Nach G. M. SAXENA und T. R. SESHADRI[1] kann Thorium durch *Fällung mit 1-Hydroxy-3-methoxyxanthon* quantitativ bestimmt und von Uran, Ceriterden und Cer(IV)-salzen getrennt werden. Der optimale Fällungsbereich liegt bei p_H 2,6 bis 3,2. Das Reagens läßt sich durch Kondensation von Phloroglucindimethyläther mit Salicylsäure in Gegenwart von geschmolzenem Zinkchlorid herstellen. Der Thoriumniederschlag, der 4 Moleküle Xanthon auf 1 Th enthält, wird zwecks Wägung zum Thoriumdioxyd verglüht. Ceriterden, Cer(IV) sowie Uran stören auch in großen Mengen nicht. — *Ausführung.* Zur etwa 0,1 g Thorium in 100 ml Wasser enthaltenden Probenlösung vom p_H-Wert 2,6—3,2 fügt man 30 ml Alkohol, erhitzt bis fast zum Sieden und versetzt mit 40—50 ml einer $2^0{}_0$igen Lösung von 1-Hydroxy-3-methoxyxanthon in Alkohol. Die tiefgelbe Lösung wird auf dem Wasserbad weiter erhitzt, bis aller Alkohol verdampft ist. Man verdünnt nach dem Abkühlen mit 100 ml Wasser, filtriert, wäscht mit Wasser, trocknet bei 120° C, verglüht im Platintiegel und wägt als ThO_2.

[1] Proc. Indian. Acad. Sci., Sect. A **47**, 238—243 (1958). Univ. Delhi (Indien). Klaus BRODERSEN

Untersuchungen über die komplexometrische Bestimmung von Thorium mit 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol (PAN) als Indicator[1] haben A. I. BUSEV, L. V. KISELEVA und A. I. ČERKESOV[2] ausgeführt. Die PAN-Th-Komplexverbindung löst sich in verschiedenen, mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmitteln (Isoamylalkohol, CCl_4, $CHCl_3$, Benzol, Äther, Methyläthylketon u. a.); sie bildet sich bei p_H 2,0—3,5. Die Empfindlichkeit des Th-Nachweises beträgt 10 μg Th. Zur Thoriumbestimmung wird die Th-Nitratlösung (2—120 mg Th) auf 1—2 mg Th ml verdünnt, dann setzt man 3—5 Tr. $0{,}1^0{}_0$iger PAN-Lösung (in Methanol) hinzu (bei Gelbfärbung noch einige Tropfen Ammoniaklösung bis zur orangeroten Färbung) und titriert mit 0,01—0,1 m ÄDTA-Lösung bis zur grünlichgelben Färbung. In Gegenwart von Fremdionen (rosa oder rote Färbung) färbt man mit 1—2 Tr. 1 n Salzsäure gelborange und titriert mit ÄDTA-Lösung auf Grünlichgelb. — Alkali- und Erdalkalielemente, U, Ce^{III} und La stören nicht. Zn, Cd, Mn und Cr verändern die Färbung, beeinträchtigen jedoch nicht den Endpunkt. Cr^{III} darf nur bis 2,5 mg/ml, Cr^{VI} nur bis 0,6 mg/ml zugegen sein. In Gegenwart von Al muß bis p_H 2,5 angesäuert werden (Bildung eines Al-ÄDTA-Komplexes). Spuren von Ce^{IV}, Sn^{II} und Pb stören nicht, größere Pb-Mengen jedoch durch Komplexonatbildung. Hg und Sn geben im Endpunkt eine störende Trübung. Ti und Zr hydrolysieren, der Niederschlag adsorbiert PAN und verhindert die Titration. Fe^{3+}, Ni,

Bi, In und V bilden in saurem Medium stabile Komplexe mit PAN und stören deshalb. Nach Zusatz von Ascorbinsäure kann man jedoch das Th in Gegenwart großer Fe-Mengen titrieren. Phosphat-, Oxalat-, Fluoridionen, die mit Thorium Komplexe bilden, dürfen nicht zugegen sein; große Sulfatmengen stören jedoch nicht. — Das vorgeschlagene komplexometrische Bestimmungsverfahren kann zur *Th-Bestimmung in Monazitsanden* u. a. thoriumhaltigen Materialien (nach Abtrennung der Phosphorsäure) mit Erfolg verwendet werden.

[1] Siehe u. a. H. Flaschka u. H. Abdine: Mikrochim. Acta **1956**, 770; Chemist-Analyst **45**, 2, 58 (1956); vgl. diese Z. **153**, 120 (1956); **155**, 115 (1957); **156**, 357 (1957). — [2] Zavodskaja Laborat. **24**, 13—16 (1958) [Russisch]. Lomonosov-Univ. Moskau. A. v. Wilpert

Über die Verwendung von Mercaptobenzthiazol zur gravimetrischen Bestimmung von Thorium, Aluminium, Beryllium und Zink berichten G. Spacu und T. I. Pirtea[1]. Das von G. Spacu und M. Kuraš[2] erstmals vorgeschlagene Reagens gibt mit diesen Elementen weiße kristalline Niederschläge, die entweder bei 105°—120° C getrocknet oder durch Glühen in das betreffende Metalloxyd überführt werden können. Das sehr rasche Analysenverfahren kann auch bei Gegenwart einiger anderer Kationen angewandt werden. — Zur Darstellung der Reagenslösung führt man Mercaptobenzthiazol mit 1 n Natronlauge in das wasserlösliche Natriumsalz über. Um keine freie Natronlauge in der Lösung zu haben, löst man nicht alles auf, sondern filtriert vom Rest ab. Die Lösung, deren p_H-Wert etwa 8 betragen soll (Indicatorpapier), verdünnt man mit so viel Wasser, daß 10 g des Salzes in 100 ml gelöst sind. Am besten bereitet man die Lösung, die vor CO_2 geschützt werden muß, stets frisch. — *Ausführung. Thorium.* 5—20 ml der neutralen oder schwach sauren Thoriumnitratlösung mit 0,01—0,1 g Th versetzt man bei Zimmertemperatur unter Rühren mit 2—10 ml der Reagenslösung. Nach 5 min filtriert man (Filtertiegel A 3 oder 1 G 3), wäscht zunächst mit 50—100 ml einer Lösung, die in 100 ml 1—1,5 ml der Reagenslösung enthält und dann 4 bis 6mal mit 2 ml dest. Wasser. Man trocknet 30—45 min bei 110°—120° C und wägt als $Th(C_7H_4NS_2)_4$ (Faktor 0,2576) oder verglüht bei 1100° C zu ThO_2. — *Aluminium.* 5—30 ml der Probenlösung mit 0,003—0,03 g Al fällt und filtriert man wie oben; der Niederschlag wird bei 105—110° C getrocknet und als $Al(C_7H_4NS_2)_3$ gewogen (Faktor 0,051307). Mg stört nicht, es kann im Filtrat mit Oxin gefällt werden. Das Verfahren eignet sich daher zur Analyse von Al—Mg-Legierungen. Es kann auch als Mikrobestimmung durchgeführt werden. — *Beryllium.* 5—50 ml der neutralen oder schwach sauren Lösung mit 0,003—0,06 g Be fällt und filtriert man wie oben, wäscht den Niederschlag, ein basisches Salz von der Formel $C_7H_4NS_2BeOH \cdot {}^1{}_2H_2O$, erst mit einer 50°—70° C warmen Lösung, die 3% NH_4NO_3 und 1,5—2 ml der Reagenslösung im Liter enthält und anschließend noch 2—3mal mit 3%iger NH_4NO_3-Lösung, die mit Ammoniak gegen Bromkresolpurpur neutralisiert ist. Der Rückstand wird zu BeO verglüht. Aluminium, Alkali und Magnesium stören nicht. Aluminium kann vorher mit Oxin in essigsaurer Lösung abgetrennt werden, im eingeengten und neutralisierten Filtrat wird dann Beryllium mit Natriummercaptobenzthiazol gefällt. — *Zink.* 5—50 ml der neutralen oder schwach sauren Lösung (p_H 5—6) versetzt man mit 1—2 g NaCl und verfährt dann weiter wie bei den vorhergehenden Bestimmungen. Der Niederschlag wird entweder bei 115°—120° C getrocknet [Zusammensetzung $Zn(C_7H_4NS_2)_2$, Faktor 0,1644] oder bei 900°—1000° C in das Oxyd übergeführt. In diesem Falle wird mit einer 1—2%igen Ammoniumnitratlösung gewaschen. Na, K, Mg und die Erdalkalien stören nicht, Fe und Al können durch Weinsäure in Lösung gehalten werden. Man versetzt die Probenlösung mit 1—2 g Weinsäure, neutralisiert mit

Natronlauge gegen Phenolphthalein und säuert mit 2—3 Tr. Salzsäure eben wieder an. Der Niederschlag muß hier zu ZnO verglüht werden.

[1] Revue de Chimie (Bucarest) **1**, 5—25 (1956). Univ. „C. I. Parhon" Bukarest (Rumänien). — [2] Bull. Soc. Ştiinţe Cluj **8**, 243 (1935); vgl. diese Z. **102**, 24, 108 (1935). G. Denk

Uran. V. I. Kuznecov[1] beschreibt die *Farbreaktion auf Uran mit dem Reagens Arsenazo*[2]. Zum *Nachweis von* U^{VI} setzt man zu 1 ml der neutralen oder schwach sauren Prüflösung 1 Tr. 3 n Salzsäure und 1—2 Tr. 0,02—0,05%ige Arsenazolösung zu. Rosafärbung weist auf Abwesenheit von Th, U^{IV}, Zr, Ti und Fe^{3+} hin. Danach fügt man 3—4 Tr. 25%ige Urotropinlösung hinzu, wobei in Gegenwart von U^{VI} eine rein blaue oder (bei Reagensüberschuß) violette Färbung entsteht, die durch Zusatz von Wasserstoffperoxyd unverzüglich in Rosa übergeht. Auf diese Weise können 0,2 μg U^{VI} (Grenzverdünnung $1:10^6$) nachgewiesen werden. — *U^{IV}* weist man in Gegenwart störender Elemente (V^{IV}, Al, Fe^{2+} u. a.) nach, indem man in der Prüflösung durch Zusatz von Salzsäure oder Natriumacetat auf die Acidität 0,02—0,05 n bringt (Prüfung mit Methylviolettpapier) und 1 Tr. Arsenazolösung zusetzt. Eine Violettfärbung weist 1—2 μg U^{IV} nach. — Während man U^{IV} auf diese Art unmittelbar direkt in der Probe nachweisen kann, empfiehlt es sich, beim Nachweis von U^{VI} die störenden Elemente (Fe, Al, Th, Zr, Cu, Be und Seltene Erden) durch Zusätze von NaF (dosiert, besonders für Al geeignet), Na-Salicylat (für Be), Ascorbinsäure (für Fe^{III}) und $Na_2S_2O_3$ (für Cu und Fe^{3+}) zu maskieren. Fe^{3+}, Zr, Ti, Th sowie störende Anionen (Phosphate, Arsenate) kann man durch einen Zusatz von $SnCl_4$ entfernen. Sie werden durch die hydrolytisch ausgeschiedene Metazinnsäure mitgefällt. Wesentlich ist beim Nachweis, daß die blaue oder violette Farbe beim Zusatz von verdünnter Wasserstoffperoxydlösung momentan in die frühere Rosafärbung übergeht, während dies bei allen anderen störenden Kationen nicht momentan erfolgt, so daß der Zusatz von H_2O_2 als Identitätsnachweis dient. Die Ausführung sämtlicher Operationen beim Nachweis des Urans in Gesteinen sowie in Gegenwart von Fremdionen wird eingehend beschrieben, wobei die zulässigen Überschüsse an diesen Ionen zahlenmäßig angegeben sind.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 220—224 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Vernadsky-Inst., Akad. Wiss. UdSSR, Moskau. — [2] Über das Reagens Arsenazo vgl. u. a. diese Z. **151**, 370 (1956); **154**, 361; **156**, 383 (1957); **161**, 302 (1958).

A. v. Wilpert

Ein gewichtsanalytisches Bestimmungsverfahren für Uran auf Grund der Fällung mit Kupferron haben L. V. Elinson und V. A. Oleznjuk[1] ausgearbeitet. Das Verfahren eignet sich für Uranerze und -konzentrate mit mehr als 5% Uran. Man fällt zunächst die Beimengungen des Urans mit Kupferron, reduziert danach das Uran mit Natriumdithionit zu U^{IV} und fällt dieses mit Kupferron. Der mittlere quadratische Fehler der Bestimmung beträgt bei 50% Uran $\pm$ 0,3, bei 5—10% U $\pm$ 1,2% (relativ), die Dauer einer Bestimmung beläuft sich (bei gleichzeitiger Analyse von 4 Einwaagen) auf 4—5 Std. — *Ausführung.* 0,2—1 g Substanz werden mit Salpetersäure zersetzt und nach Zugabe von 10 ml Schwefelsäure (1:1) bis zum Auftreten der SO_3-Dämpfe erhitzt. Man setzt Wasser bis zum Gehalt von 10% freier Schwefelsäure hinzu, erhitzt bis zum Auflösen der Salze und setzt (ohne SiO_2 abzufiltrieren) 0,1 n Permanganatlösung zur abgekühlten Lösung bis zur Rosafärbung hinzu. Dann werden die Beimengungen (Fe, V, Ti u. a.) bei höchstens 18° C (Abkühlen auf 6—10° C ist nicht erforderlich) mit einer 6%igen wäßrigen Kupferronlösung (in kleinen Anteilen) gefällt (ein rasch verschwindender weißer

Niederschlag zeigt den Überschuß an). Die unlöslichen Kupferronate werden abfiltriert, mit einem Gemisch von 10%iger Schwefelsäure + 1,5 g Kupferron/l gewaschen und verworfen; Filtrat und Waschwässer werden auf 200 ml verdünnt. Die Lösung (5%ig an Schwefelsäure) wird mit 2 g Natriumdithionit vermischt. Nach 20 min Stehen wird das U^{IV} mit Kupferron gefällt, der Niederschlag nach der Koagulation (15—20 min) filtriert, wie oben gewaschen (4%ige H_2SO_4 + 1,5 g Kupferron/l; insgesamt mit 150 ml Waschflüssigkeit), getrocknet und geglüht (zuletzt bei 1000—1050° C). Enthält die Probe spektral nachgewiesene Metalle der Sulfidgruppe (Cu, Pb, Mo u. a.), so müssen diese nach der Auflösung der Einwaage aus der Lösung (50—70 ml) mit 10 ml 10%iger $Na_2S_2O_3$-Lösung als Sulfide ausgefällt werden, wonach man sie abtrennt, die Konzentration der Schwefelsäure auf 10% bringt und danach die Beimengungen mit Kupferron wie oben abscheidet. Die Analysenergebnisse (Belege) sind befriedigend; die Filtrate weisen keine wesentliche Lumineszenz (U-Verluste) auf.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 95—99 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.)

A. v. Wilpert

Indium. *Zur Bestimmung kleiner Mengen Indium* empfehlen E. N. Deïčman und I. V. Tananaev[1] ein *titrimetrisches und ein photometrisches Verfahren*. Das erste beruht auf der Fällung von $In_4[Fe(CN)_6]_3$ bei der Titration mit $Na_4[Fe(CN)_6]$-Lösung. Das Titrationsende kann visuell mit Diphenylamin als Indicator oder potentiometrisch mit Platin-Kalomelelektroden festgestellt werden. Bei der Titration mit $K_4[Fe(CN)_6]$-Lösung hat der Niederschlag ungefähr die Zusammensetzung $KIn[Fe(CN)_6]$. Die photometrische Bestimmung beruht auf der Messung der mit Cyanoferrat(III) und Diphenylamin entstehenden Farbe. *Titrimetrische Bestimmung.* 50 ml einer Indiumsalzlösung in 5%iger Schwefelsäure werden mit 2 Tr. 1%iger $K_3Fe(CN)_6$-Lösung sowie 2 Tr. 1%iger Diphenylaminlösung (in konz. Schwefelsäure) versetzt. In Gegenwart störender Fremdionen (Zn, Co, Al und Sn) fügt man noch 5 g Citronensäure zu. Darauf titriert man in der Kälte mit einer $Na_4Fe(CN)_6$-Lösung (Titerstellung mit $KMnO_4$) bis die Farbe 30 sec lang verschwunden bleibt (in Gegenwart von Co, Ni, Zn, Ce und V bis zur ersten Entfärbung). Die Titration wird durch Cr, W, Cu und große Fe-Mengen gestört. — *Photometrische Bestimmung.* 25 ml Indiumsalzlösung in 5%iger Schwefelsäure werden mit je 1 Tr. 1%iger $K_3Fe(CN)_6$- und Diphenylaminlösung (wie oben) versetzt, die Färbung wird nach 5—10 min mit der von Standardlösungen verglichen (bei Anwesenheit von Cd, Co, Zn und Uranylion nach 8—10 min). Auch hier setzt man bei Anwesenheit störender Ionen 3—5 g Citronensäure zu. Man kann $4 \cdot 10^{-5}$ g Indium in Gegenwart von Be, Ca, Mg, La, Cd, Ga, Ti, U, Th, Al, Co, Ni, Zn und Mn bestimmen. Es stören: Cr, Ni, Cu, Fe und Tl.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 196—200 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Kurnakov-Inst., Akad. Wiss. UdSSR, Moskau.

A. v. Wilpert

D. Cozzi und G. Raspi[1] untersuchen die Möglichkeit der *Extraktion von Indiumphenylacetat* aus der wäßrigen in eine organische Phase. Das Indiumphenylacetat entsteht in einer verdünnten Indiumperchloratlösung beim Versetzen mit einer auf p_H 5 gepufferten 0,2 m Phenylacetatlösung als feine kolloide Dispersion, die lange Zeit beständig ist. Die Reaktion eignet sich zur *nephelometrischen Bestimmung des Indiums* bis zur Verdünnung von etwa 1:40000. Indiumphenylacetat ist in Wasser schwer, in Benzol, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Petroläther usw. praktisch unlöslich. Dagegen löst sich die Verbindung in Äthylalkohol, Propiophenon, Isobutylmethylketon und Isoamylalkohol. Die beiden ersten Lösungsmittel ergeben bei einmaligem Ausschütteln keine quantitative Extraktion des

Indiumphenylacetats. Mit Isobutylmethylketon ist die Ausschüttelung in Gegenwart von Äthanol im p_H-Bereich 4—8 quantitativ, in Abwesenheit von Äthanol unvollständig. Die günstigsten Verhältnisse liegen bei Isoamylalkohol vor. Er nimmt das Indiumphenylacetat aus einer 10^{-3} m Indiumsalzlösung im p_H-Bereich 3,5 bis etwa 6 bei einmaligem Ausschütteln restlos auf. Die schwierige Phasentrennung wird durch Zusatz von Na_2SO_4 erleichtert.

[1] Univ. Studi Trieste Ist. Chim. appl. Nr. **18**, 1—11 (1957). Univ. Triest (Italien). E. Förster

Die komplexometrische Bestimmung des Thalliums, das in der dreiwertigen Form vorliegen muß, kann nach A. I. Busev und V. G. Tipcova[1] amperometrisch oder visuell durchgeführt werden. Die *amperometrische Bestimmung* mit der rotierenden Platin-Mikroelektrode und der gesätt. Kalomelvergleichselektrode erfolgt ohne Anlegen einer äußeren EMK und ohne Entfernen des Luftsauerstoffs. Cd^{2+}, Zn^{2+}, Pb^{2+}, Cl^- stören bei p_H 1,0—2,0 nicht. Dagegen müssen Fe^{3+}, Bi^{3+}, Cu^{2+}, MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$, $S_2O_8^{2-}$ u. ä. abwesend sein. Bromionen stören, wenn ihre Menge größer ist, als zur Bildung von $TlBr_4^-$ ausreicht. Für die *visuelle Titration* dient *1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol (PAN)*[2] als Indicator. Er gibt mit Tl^{3+} in schwefel- oder essigsaurer Lösung bei $p_H \geqq 1$ einen rotvioletten Komplex. Bei dieser Titration stören Cu^{2+}, Ni^{2+}, Fe^{3+}, Bi^{3+}, ferner Cl^-, Br^-, J^-, MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$ usw. — *Ausführung.* Zur amperometrischen Bestimmung von Tl, z. B. in metallischem Cadmium, löst man 1—1,5 g Probe in 10 ml 2 n Schwefelsäure + 1—2 ml konz. Salpetersäure, verkocht die Stickoxyde, fügt ungefähr 0,1 g $(NH_4)_2S_2O_8$ zur Lösung (beim Auftreten der Permanganatfarbe gibt man noch 5 ml 5%iger Salzsäure zu) und kocht bis zur Zersetzung des Persulfats. Hierauf bringt man mit 2 n Ammoniak und Universalindicator auf $p_H \sim 2{,}0$ und titriert amperometrisch mit 0,01 m ÄDTA-Lösung. Die visuelle Titration erfolgt ähnlich, aber unter Vermeidung von Chlorionen. Man oxydiert mit Persulfat in 1 m Schwefelsäure. Lösungen, die das Thallium von vornherein 3wertig enthalten, neutralisiert man mit 2 n Ammoniak bis zum Auftreten des $Tl(OH)_3$-Niederschlages, versetzt mit dem gleichen Volumen 1 m $CH_2ClCOOH$ und titriert mit 0,01 m ÄDTA-Lösung in Gegenwart einiger Tropfen PAN-Indicator bis zum Farbübergang Rotviolett—Gelb; 1 ml 0,01 m ÄDTA-Lösung entspricht 2,044 mg Tl.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 180—185 (1958) [Russisch]. Lomonosov-Univ. Moskau. — [2] Cheng, K. L., u. R. H. Bray: Analyt. Chemistry **27**, 782 (1955); vgl. diese Z. **149**, 138 (1956). — Flaschka, H., u. H. Abdine: Mikrochim. Acta **1956**, 770; Chemist-Analyst. **45**, 2 (1956); vgl. diese Z. **153**, 120 (1956); **155**, 115 (1957). A. v. Wilpert

Eine gravimetrische Bestimmungsmethode des Bleis läßt sich nach D. Pirtea und Gh. Baiulescu[1] durch Fällen mit *Natrium-p-aminosalicylat* durchführen. Der bei Zimmertemperatur aus neutraler Lösung erhaltene weiße kristalline Niederschlag, der sich sehr gut filtrieren läßt (Filtertiegel A 1 oder 1 G 4), wird zunächst mit einer 4%igen Lösung des Reagenses und dann mit Alkohol und Äther gewaschen. Nach dem Trocknen im Vakuumexsiccator wird er als $Pb(C_7H_6O_3N)_2$ zur Auswaage gebracht (Faktor 0,40513). Die angegebenen Beleganalysen zeigen als höchste Abweichungen $\pm 0{,}2\%$.

[1] Comun. Acad. Republ. Popul. Romîne **7**, 329—333 (1957) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) G. Denk

Die colorimetrische Titanbestimmung mit 2,2,7-Trihydroxy-9-phenylfluoron hat H. Sano[1] überprüft und dabei festgestellt, daß sie 20mal so empfindlich ist wie die Bestimmung mit Wasserstoffperoxyd, 2mal so empfindlich wie die

Titan(III)-Alizarin S-Methode und genau so empfindlich wie das Verfahren mit Thymol in konz. Schwefelsäure. Sie ist somit eine der empfindlichsten Reaktionen. Der Titan-Phenylfluoronkomplex ist leicht in 0,1 n Säure ohne Rückstand löslich. Das Verfahren hat aber den Nachteil, daß Fe^{III}, Ge^{IV}, Sb^{III}, Sn^{IV} und Zr^{IV} beträchtlichen Einfluß zeigen.

[1] Jap. Analyst **7**, 235—238 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Fac. Sci., Univ. Tokyo (Japan). H. Pohl

Zirkonium läßt sich nach J. P. Young, J. R. French und J. C. White[1] in schwefelsaurer Lösung mit Brenzcatechinviolett (BCV) colorimetrisch bestimmen. Die entstehende blaue Komplexverbindung mit dem Molverhältnis Zr:BCV = 1:2 ist mindestens 2 Std beständig. Bis zu 2 μg Zr/ml gilt das Beersche Gesetz. Das Verfahren hat gegenüber den meisten anderen Methoden den Vorzug, daß Sulfat, ionen nicht stören. Die Bestimmung kann bei Gegenwart von Th, U, La, Ce, Fe, Ni und Cr durchgeführt werden, jedoch beeinträchtigen Fluoride, Citrate, Oxalate und Tartrate die Genauigkeit. Die Fehler betragen im Durchschnitt etwa 2%. — *Ausführung.* Etwa 15 ml der Probenlösung, die 5 Millimole Sulfat enthalten sollen, versetzt man mit 1 ml 4%iger Thioglykolsäurelösung, 2 ml 0,6%iger Gelatinelösung, 1 ml einer 0,05%igen BCV-Lösung und 5 ml 30%iger Natriumacetatlösung. Mit 7 m Ammoniak stellt man p_H 5,1 ein (p_H-Meter) und verdünnt die Lösung im Meßkolben auf 25 ml. Die Extinktion wird bei 650 mμ gegen eine ebenso behandelte Lösung der Reagentien gemessen. — Das Verfahren wird zur Bestimmung von Zirkonium in den Oxyden von Cer und Lanthan verwendet. Dabei wird der Oxalatniederschlag, der auch das Zirkonium enthält, zu den Oxyden verglüht, diese werden mit $K_2S_2O_7$ aufgeschlossen und in verd. Schwefelsäure gelöst. In der Lösung wird dann wie oben beschrieben Zr ermittelt. Um jedoch den Einfluß des hohen Cergehaltes zu vermindern, wird bei p_H 4,5 gearbeitet.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 422—425 (1958). Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA). G. Denk

Über die Bestimmung von Hydrazin und einer Anzahl seiner Derivate durch Messung des mit Jodat entwickelten Stickstoffs berichten H. McKennis jr., J. H. Weatherby und E. P. Dellis[1]. — *Ausführung.* Die Probe mit etwa 40 μMol Hydrazin löst man in 0,5 ml des geeigneten Lösungsmittels (siehe unten) und setzt sie bei 37,00 ± 0,01° C in einer Warburg-Apparatur mit 1 ml 0,2 m KJO_3-Lösung in 0,2 n Schwefelsäure um. Die Reaktion verläuft zum Teil außerordentlich rasch. Das entweichende Gas wird über ein Filterpapier, welches mit 0,2 ml 40%iger Kalilauge getränkt ist, geleitet. — Von etwa 30 untersuchten Substanzen lieferten die folgenden gute Werte (± 1%) (in Klammern ist jeweils das beste Lösungsmittel vermerkt): *Hydrazoniumsulfat* (0,02 n H_2SO_4), *Methylhydrazoniumsulfat* (0,02 n H_2SO_4), *1,1-Dimethylhydrazon des p-Nitrobenzaldehyds* (2-Propanol), *Carbobenzoxy-L-leucylhydrazid* (2-Propanol), *Phenacethydrazid* (H_2O) und *Benzhydrazid* (H_2O). Aber auch bei vielen anderen Hydrazinverbindungen sind die Abweichungen von den theoretischen Werten gering.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 499—502 (1958). Med. College, Richmond, Va. (USA). G. Denk

Durch „photonometrische" Titration lassen sich Vanadium (V) und Chrom (VI) auch im Gemisch nach Untersuchungen von C. E. Bricker und S. S. Schonberg[1] quantitativ bestimmen. Die Verff. belichten die Lösung, die einen großen Überschuß an Eisen(III) und Oxalat enthält, mit einer Quecksilberlampe. Während der Belichtung wird das Eisen(III) zum Eisen(II) reduziert unter gleichzeitiger Oxydation

des Oxalates zu Kohlensäure. Das entstandene Eisen(II) reduziert vorhandenes Vanadium(V) oder/und Chrom(VI) zu Vanadium(IV) bzw. Chrom(III) unter gleichzeitiger Regeneration von Eisen(III). Unter diesen Bedingungen bleibt die in der Einheit der Belichtungszeit erzeugte V^{IV}- (bzw. Cr^{III}-)Menge konstant und man kann das Vanadium (Chrom) durch Messung der zur V^{V}-(Cr^{VI}-)Reduktion notwendigen Belichtungszeit quantitativ bestimmen. Man eicht die Lampe mit Lösungen bekannten Chrom- und/oder Vanadiumgehaltes. — *Ausführung.* Zu einer Mischung von 75 ml 0,074 m Natriumoxalatlösung, 5 ml 0,5 m Eisen(III)-sulfatlösung und 4 ml 6 m Schwefelsäure in einem 250 ml-Becherglas gibt man die Untersuchungslösung und verdünnt mit Wasser auf 125 ml. Man bringt die Lösung in die Küvetten eines Spektralphotometers, das auf 750 mμ eingestellt ist. Nach Einstellung des Nullpunktes belichtet man mit einer Quecksilberlampe unter Rührung der Lösung und trägt die gefundenen Absorptionswerte in Abhängigkeit von der Belichtungszeit graphisch auf. Der Knickpunkt in der Absorption/Zeit-Kurve dient zur Ermittlung des Vanadiumgehaltes der Probe mit Hilfe der auf die gleiche Art hergestellten Eichkurve. Zur Chrombestimmung verfährt man wie bei der Vanadiumbestimmung, mißt jedoch die Absorption bei 575 mμ.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 922—928 (1958). Univ. Princeton, N. J. (USA).

KLAUS BRODERSEN

Zur Trennung und spektrophotometrischen Bestimmung von Mikrogrammmengen Niob benutzen G. R. WATERBURY und C. E. BRICKER[1] die Extraktion mit 4-Methyl-2-pentanon aus schwefel-flußsaurer Lösung mit anschließender Messung des Niob-Hydrochinonkomplexes. — *Ausführung.* Die niobhaltige Lösung (0,025—1 mg) wird im Platintiegel mit Schwefelsäure auf 3,5 ml gebracht und bis zum Rauchen erhitzt. Alsdann wird die Lösung mit 2,0 ml Wasser in ein Reagensglas übergespült und in einem Eisbad abgekühlt. Nun gibt man 4 ml 4 m Flußsäure in den Tiegel, fügt den Inhalt langsam zu der Lösung im gekühlten Reagensglas und wiederholt den Vorgang mit 0,5 ml Wasser. Nach Zugabe von 10,0 ml 4-Methyl-2-pentanon wird mit einem Glockenrührer 5 min gerührt. Nach der Phasentrennung werden zwei 3 ml-Anteile der organischen Phase in Platintiegel pipettiert, die 2—3 Tr. 5 n Natronlauge enthalten. Für Proben, die Milligramm-Mengen Au, Ir, Mn, Pt, Ti, V oder Mo enthalten, werden 8 ml abpipettiert und 4—5 Tr. 5 n Natronlauge genommen. Die Lösungen werden vorsichtig unter gelegentlichem Umschütteln zur Trockne gedampft, abgekühlt und vorsichtig mit 10 Tr. Wasser und 5 Tr. konz. Flußsäure versetzt. Zu den 8 ml-Anteilen fügt man 3,5 ml konz. Schwefelsäure, erhitzt zum Rauchen und extrahiert die Lösung zum 2. Mal wie oben beschrieben. Die anderen Proben werden mit 2—3 ml konz. Schwefelsäure direkt abgeraucht. Nach dem Abkühlen fügt man 5—10 mg Ammoniumperoxydisulfat hinzu und erwärmt, bis die Lösung farblos ist, notfalls unter erneuter Zugabe von Persulfat. Dann erhitzt man 3—5 min zum kräftigen Rauchen. Nach dem Abkühlen spült man den Rückstand mit wenig konz. Schwefelsäure in einen 10 ml-Meßkolben über, gibt 3,00 ml Hydrochinon-Schwefelsäure (55 mg/ml konz. H_2SO_4) zu und füllt mit konz. Schwefelsäure zur Marke auf. Die Messung erfolgt bei 410 mμ in 10 mm Schichtdicke gegen 3,00 ml Hydrochinon-Schwefelsäure in 10 ml konz. Schwefelsäure. Daneben wird mit konz. Schwefelsäure an Stelle der aliquoten Probenlösung ein Blindversuch und mit einer bekannten Niobtestlösung eine Kontrollmessung gemacht und daraus der Niobgehalt der Probe errechnet. — Bei der Extraktion von Lösungen mit 0,3—0,6 mg Nb, die 170—500mal mehr U, Pu, Na oder K, 30mal mehr Al, Bi, Cd, Ce, Cr^{III}, Cu, Fe, Pb, Mg, Hg, Nd, Ni, Ru, Tl, Ag, Sr, Sn, Zn oder Zr und 7mal mehr Ti enthalten, sind keine Störungen festgestellt worden. Störungen durch 10 mg Au, Ir, Mn, Pt, Ti oder V und 2 mg Mo können durch doppelte Extraktion beseitigt werden. Cr^{VI} stört, da es durch die Salzsäure beim

Einrauchen reduziert wird. Auch kann Niob nicht von großen Mengen Ta und Mo auf diesem Wege abgetrennt werden. Ebenso stören jede geringe Menge Wasser und Phosphat (je 1 mg). Modellösungen von Uran-Titan-Niob-Legierungen mit Niobgehalten von 0,25—1,0% zeigen eine Standardabweichung von ± 2%.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1007—1009 (1958). Univ. Los Alamos, N. M. (USA).
H. Pohl

Tellur. I. P. Onufrienok und V. M. Aksenenko[1] gründen ein neues Bestimmungsverfahren auf die *Reduktion von Tellurit mit Milchzucker in schwach alkalischer* Lösung zu elementarem Tellur, das gewogen oder oxydimetrisch erfaßt werden kann. Die maßanalytische Arbeitsweise kann bei der Analyse von Antimon-Tellurlegierungen angewandt werden. Das Antimon selbst sowie kleine Mengen von Fe, As, Bi, Sn, Pb, Cd stören nicht; sie werden durch Weinsäure in Lösung gehalten und aus der tartrathaltigen, schwach alkalischen Lösung durch Milchzucker nicht zu Metall reduziert. Die starken Störungen durch Cu und Se werden durch Zugabe von Hexacyanoferrat(II) beseitigt, das der Reduktion zu den Elementen entgegenwirkt. — *1. Gravimetrisches Verfahren.* 0,02—0,03 g Tellur werden mit 10 ml Salpetersäure (1:1) unter Zusatz einiger Kriställchen $NaNO_2$ zuletzt unter Erwärmen gelöst. Man kocht die Stickstoffoxyde fort, neutralisiert mit 40%iger NaOH-Lösung gegen Phenolphthalein, fügt 6—8 Tr. Laugenüberschuß und 5 ml 20%ige Milchzuckerlösung hinzu, verdünnt mit Wasser auf 50—60 ml und siedet 5—10 min. Nach Umschwenken und Absitzen filtriert man die kirschrote Lösung (Glasfiltertiegel Nr. 4), dekantiert 3—4 mal und wäscht 4—5 mal mit heißem Wasser, bis die NO_3-Ionen entfernt sind, dann noch 2—3 mal mit kleinen Mengen Alkohol, trocknet bei 105° C und wägt das elementare Tellur. — *2. Titrimetrisches Verfahren.* Man verfährt wie oben, filtriert aber das Tellur durch eine Schicht Glaswatte und Asbest (1 Tr./sec), wäscht mit heißer 2%iger Na_2SO_4-Lösung (3—4 mal dekantierend, dann 4—5 mal auf dem Filter), spült Niederschlag und Asbest vom Filter ab, setzt 20 ml 0,1 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung und 10 ml 4 n Schwefelsäure hinzu, beschleunigt das Auflösen des Niederschlages durch Erwärmen auf 50—60° C, kühlt ab, setzt 15—20 ml titrierte Mohrsche Salzlösung, 5 ml Phosphorsäure (1:1), 10—15 ml 2 n Salzsäure und 3 Tr. 1%ige Diphenylaminlösung (in Schwefelsäure) hinzu, verdünnt auf 100—120 ml und titriert mit 0,1 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung bis zur Violettfärbung. — *Analyse von Antimon-Tellurlegierungen.* Man löst ein 0,005—0,03 g Te enthaltende Menge der Legierung in einem Gemisch von 3 Vol. Salpetersäure (D 1,40) und 4 Vol. 30%iger Weinsäurelösung (20 ml Säuregemisch je Gramm Legierung; die Weinsäuremenge soll nicht kleiner sein als angegeben). Man erhitzt nur kurz, setzt 5—10 ml Wasser zu und vertreibt die Stickstoffoxyde durch kurzes Aufkochen. Leichte schwarze Partikel (Kohle) werden abfiltriert. Das Filtrat neutralisiert man mit 40%iger Natronlauge und verfährt weiter wie unter 1 und 2 angegeben mit dem Unterschied, daß man vor Zugabe der Milchzuckerlösung mit 2—3 ml 2 n $K_4Fe(CN)_6$-Lösung versetzt. Beleganalysen zeigen, daß bei 3—10% Te der Fehler nur 0,02 bis 0,03% Abweichung vom Mittelwert ausmacht.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 119—122 (1958). [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Polytechn. Inst. Tomsk.
A. v. Wilpert

Die Mikrobestimmung von Chrom mit 1,5-Diphenylcarbohydrazid hat T. L. Allen[1] näher untersucht, da dabei häufig starke Schwankungen beobachtet worden sind. Als wichtigster Faktor wird die Reinheit des Reagenses, die durch den Schmelzpunkt kontrolliert werden kann, herausgestellt. Das Reagens wird in Wasser, welches 10% Äthanol oder 10% Aceton oder 5% Äthylacetat enthält, gelöst. Eine Zersetzung der Lösung, deren Konzentration zwischen 0,5 und $1 \cdot 10^{-3}$ m liegen soll, gibt sich durch eine Verfärbung der zunächst farblosen Lösung zu erkennen.

Das Maximum der Extinktion des Chromkomplexes liegt bei 546 mμ. Die Extinktion wird 15 min nach dem Vermischen der Lösungen in einer 1 cm-Zelle bei 25° C und einer Spaltbreite von 0,04—0,05 mm gegen eine Lösung der Reagentien gemessen. Bei einem genügend großen Reagensüberschuß gilt das Beersche Gesetz. Zwischen p_H 1,02 und 2,43 bleibt die molare Absorption konstant.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 447—450 (1958). Univ., Davis, Calif. (USA).

G. Denk

Ein Schnellverfahren zur Bestimmung von Hypochlorit, Chlorid und Chlorat nebeneinander in Lösungen der Kaliumchloratfabrikation wird von C. Liteanu, V. Medeanu und M. Cosma[1] beschrieben. Zur Hypochloritbestimmung füllt man die zu untersuchende Lösung in eine Bürette und läßt sie zu einer mit Schwefelsäure versetzten, auf 70—80° C erwärmten Lösung von Methylorange bis zum Farbumschlag von Rot nach Hellgelb fließen. Der Titer der Methylorangelösung wird gegen eine Hypochloritlösung von bekanntem (jodometrisch festgestellten) Wirkungswert eingestellt. Der Faktor der Methylorangelösung ist 2—3 Monate beständig. Nach der Hypochloritbestimmung titriert man den Gesamtchloridgehalt der Lösung nach Volhard mit $AgNO_3$-Lösung und erhält nach Abzug des dem Hypochlorit entsprechenden Wertes das in der Lösung ursprünglich vorhandene Chlorid. Eine weitere Einwaage der zu untersuchenden Probe erhitzt man mit Eisen(II)-sulfat in neutraler Lösung auf 80—90° C, wobei Chlorat und Hypochlorit in 2—3 min zu Chlorid reduziert werden. Man bestimmt das Gesamtchlorid nach Volhard und erhält nach Abzug des HClO- und Cl^--Gehalt den Chloratwert. Die Gesamtanalyse kann in 20 min durchgeführt werden.

[1] Revista Chim. (Bucureşti) **8**, 487—489 (1957) [Rumänisch]. Univ. Cluj (Rumänien).

A. Kurtenacker

Über die Anwendung von Jodmonochlorid-Maßlösung zur potentiometrischen Bestimmung von Eisen(II), Titan(III) und ÄDTA berichtet J. Číhalík[1] in Zusammenhang mit früheren Untersuchungen[2]. — *Bestimmung von Eisen(II).* In Gegenwart von Komplexbildnern (unter denen ÄDTA am besten geeignet ist) wird Fe^{II} durch JCl genügend rasch oxydiert, um eine direkte Titration zu ermöglichen. Das Redoxpotential Fe^{2+}/Fe^{3+} wird durch ÄDTA infolge Bildung des auch in verhältnismäßig stark saurer Lösung (p_H 0,5—1) sehr beständigen Eisen(III)-komplexonats auf —0,10 bis —0,15 V herabgesetzt (gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen). ÄDTA selbst wird von JCl nicht angegriffen, wenn man die Maßflüssigkeit (0,1 m JCl-Lösung) in kleinen Anteilen zugibt und jedesmal gut durchmischt. Bei der Umsetzung von Fe^{II} mit JCl entsteht zunächst J^-, das dann durch ein zweites Mol JCl zu J_3 oxydiert wird. Die Inflexionspotentiale liegen bei +0,22 V (1. Stufe) und +0,65 V (2. Stufe). Gegen Ende der Titration zur 1. Stufe wird jeweils 1—2 min zur Potentialeinstellung gewartet, bei der Titration zur 2. Stufe stellen sich die Potentiale augenblicklich ein. Die Menge an bei der Titration zuzusetzendem ÄDTA ist nicht kritisch, es genügt ein kleiner Überschuß gegenüber dem berechneten Wert, z. B. die Anwendung von 5 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung. Bei der Titration von 3—55 mg Fe^{II} zum ersten Potentialsprung liegt der mittlere Fehler bei ±0,23%. — *Bestimmung von Äthylendiamintetraacetat.* In einer ÄDTA-Lösung, die einen Überschuß an Eisen(II) enthält, wird bei der Titration mit JCl-Lösung nur die dem ÄDTA äquivalente Fe^{II}-Menge oxydiert. Die überschüssig vorhandene Fe^{II}-Menge stört die Titration nicht. Die Eisen(II)-lösung muß frei von Fe^{III} sein, da dieses ÄDTA binden und dadurch zu niedrige Titrationsergebnisse verursachen würde. Man arbeitet am einfachsten so, daß man die schwach salzsaure Eisen(II)-sulfatlösung mit 10—20 ml Quecksilber schüttelt, das

entstandene Kalomel sich absetzen läßt und aus der überstehenden Lösung eine passende Menge der zu untersuchenden ÄDTA-Lösung zusetzt, die man zuvor durch einen inerten Gasstrom von Sauerstoff befreit hat. Man titriert mit 0,1 m JCl-Lösung zunächst rasch zum ersten Potentialsprung und kann dann, da man die neu zuzusetzende Menge Maßflüssigkeit bereits ungefähr kennt, bequem zum 2. Sprung zu Ende titrieren. Das Verfahren wird zur *Titerstellung von ÄDTA-Lösungen* empfohlen. — *Die Titration von Titan(III)* kann in 1 m bis 3 m salz- oder schwefelsaurer Lösung zum ersten oder zweiten Potentialsprung glatt durchgeführt werden. Läßt man auf einmal so viel Maßflüssigkeit zufließen, daß die Lösung sich braun färbt, und titriert man dann zum zweiten Potentialsprung, so erübrigt sich das Arbeiten in einer inerten Atmosphäre. Setzt man zur titrierenden Lösung (mit 5—50 mg Ti^{III}-Gehalt) 0,5—2 g NH_4F zu, so kann man auch in stärker saurer Lösung sehr rasch zu dem in diesem Falle besonders großen ersten Potentialsprung titrieren, wobei allerdings streng auf inerte Atmosphäre geachtet werden muß. Eisen(II) stört auch in großem Überschuß die Titanbestimmung nicht. — *Zur Bestimmung von Titan(III) und Eisen(II) nebeneinander* bringt man die zu untersuchende Lösung auf p_H 2—3, versetzt mit ÄDTA undNH_4F und erhält bei der Titration mit 0,1 m JCl-Lösung sehr scharfe Potentialsprünge, von denen der erste der Ti^{III}-, der zweite der Fe^{II}-Menge und der dritte der Oxydation von Jodid zu Jod entspricht. Die Inflexionspotentiale sind −0,22 V, +0,25 V, +0,66 V.

[1] Chem. Listy **52**, 1075—1082 (1958) [Tschechisch]. Univ. Prag (ČSR). — [2] Vgl. diese Z. **158**, 365 (1957). A. Kurtenacker

III. Analyse organischer Stoffe

2. Quantitative und qualitative Analyse

Einen Überblick über die Entwicklung und den derzeitigen Stand der qualitativen organischen Mikroanalyse mit 145 Literaturzitaten gibt N. D. Cheronis[1]. Hierbei werden die Methoden zur Reindarstellung organischer Verbindungen besprochen, wie Kristallisation, Destillation, Sublimation, Extraktion, Chromatographie, Ionenaustausch und Elektrophorese. Dann folgen die Verfahren zur Identifizierung organischer Verbindungen, die in drei Gruppen unterteilt werden: 1. die mikroskopischen Methoden, 2. die chemischen Methoden (Gruppenteste) und 3. physikalische Methoden (Bestimmung des Schmelzpunktes, Siedepunktes, Brechungsindexes, der Dichte, Löslichkeit, der Verteilungskoeffizienten, ferner Chromaographie, R_f-Wert, Elektrophorese, IR-, UV- und Röntgen-Beugungsspektren, Massenspektrum, kernmagnetische Resonanz, radiochemische Methoden).

[1] Microchemic. J. **2**, 43—70 (1958). Brooklyn College, NewYork (USA).
G. Kainz

Analyse hochmolekularer silico-organischer Verbindungen mit Hilfe der IR-Spektroskopie. A. P. Kreškov, Ju. Ja. Michailenko und E. A. Kiričenko[1] haben mit Hilfe der IR-Spektroskopie hochmolekulare siliciumorganische Verbindungen untersucht, die entstehen, wenn man Tetraoxysilan, Trimethylchlorsilan und Dimethylchlorsilan auf die Produkte der Kondensation von Glycerin mit Phthalsäureanhydrid bzw. von Anilin mit Formaldehyd einwirken läßt. Nach Bildung der siliciumorganischen Verbindungen ist in den IR-Spektren das Auftreten einer neuen Bande bei 9,5—9,6 μ (1050—1040 cm^{-1}) zu beobachten, die der Si—O-Bindung zugeordnet wird und die zur analytischen Untersuchung der Stoffe verwendet werden kann. Die OH-Bande bei 3 μ (3333 cm^{-1}) kann zur Bestimmung der freien OH-Gruppen benutzt werden, falls keine NH-Gruppen im Molekül vorhanden sind, da diese ebenfalls bei dieser Wellenlänge absorbieren. — Die Verff. nahmen die

Spektren im Bereich von 2,5—15 μ (6400—667 cm^{-1}) auf. Die Substanzen wurden teils in Tetrachlorkohlenstoff oder Schwefelkohlenstoff gelöst, teils als dünne Folien und teils als KBr-Preßlinge untersucht (10 mg auf 1 g KBr).

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 127—133 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Mendelejev-Inst., Moskau. H. WUNDERLICH

Bromometrische Bestimmung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe in Gemischen von Isopentan-Isopren-Isoamylen. Beim katalytischen Dehydrogenisieren des Isopentans entsteht ein Katalysat, das in der Hauptsache aus Isopentan, Isopren und den drei Isoamylenen besteht. An diesem Katalysat haben B. A. KAZANSKIJ, O. D. STERLIGOV, A. P. BELENKAJA, G. JA. KONDRATJEVA und P. S. PAVLOVA[1] drei bromometrische Verfahren geprüft, die zur Bestimmung der Gesamtmenge an ungesättigten Kohlenwasserstoffen dienen, nämlich das Verfahren von ROSENMUND und KUHNHENN[2] (mit 0,1 n Bromlösung in Eisessig und Lösung der zu analysierenden Probe in Chloroform), das Verfahren von KAUFMANN[3], modifiziert von HALPERN[4] (mit 0,2 n Bromlösung in Methanol, Probe ebenfalls in Methanol gelöst) und die Methode von VIRABJANC[5] (mit 0,2 n Bromlösung in CCl_4, Probe ebenfalls in CCl_4 gelöst). Während sich das letzte Verfahren als ungeeignet erweist (die absoluten Fehler betragen bei Gemischen der reinen C_5-Kohlenwasserstoffe bis zu 7—8%), sind die beiden erstgenannten Verfahren brauchbar (einzig bei Gemischen von Isopentan mit 2-Methylbuten-1 wurden um 13% zu hohe Werte gefunden). Die Fehler liegen sonst bei $\pm 1-3\%$. Die Werte nach ROSENMUND liegen allgemein höher als jene nach HALPERN. Kennt man die Konzentration des Isoprens, so kann man die Menge P der Isoamylene aus der Formel $P = \alpha P' - b$ berechnen (P' = Gehalt an ungesättigten KW, b = Konzentration des Isoprens, α = Korrektur; sie beträgt 0,96 nach ROSENMUND, 1,04 nach HALPERN). Mit diesen Korrekturen nähern sich die Ergebnisse beider Methoden bis auf 0,5% absolut. Das Isopren wird nach ROBEY und WIESE[6] photocolorimetrisch bestimmt [auf Grund der Gelbfärbung mit Quecksilber(II)-acetatlösung in absolutem Methanol]. 2-Methylbuten-1 und Isopren addieren mehr als 1 Mol. Brom.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 134—141 (1958) [Russisch] (Mit engl. Zus.fass.). Zelinsky-Inst. f. organ. Chem., Akad. Wiss. Moskau (UdSSR). — [2] ROSENMUND, K. W., u. W. KUHNHENN: Z. Unters. Nahr.- u. Genußm. **46**, 154 (1923); vgl. diese Z. **72**, 168 (1927). — [3] KAUFMANN, H. P.: Studien auf dem Fettgebiet, Berlin 1935. — [4] HALPERN, H. D., Trudy Inst. Nafti **4**, 116, 140 (1954); vgl. auch diese Z. **158**, 388/389 (1957). — [5] Siehe A. POLGAR u. J. L. JUNGNICKEL: Organic Analysis, Bd. 3, S. 234; NewYork, London 1956. — [6] ROBEY, R. F., u. H. K. WIESE: Analyt. Chemistry **20**, 931 (1948). A. v. WILPERT

Zur Bestimmung von tertiären und quaternären Aminen haben S. SASS, J. J. KAUFMAN, A. A. CARDENAS und J. J. MARTIN[1] zwei colorimetrische Verfahren angegeben. Das erste Verfahren geht auf die Methode von B. T. CROMWELL[2] zurück, der Trimethylamin mit cis-Aconitsäureanhydrid in Gegenwart von prim. und sek. Aminen bestimmt hat. Dieses Verfahren läßt sich nach Angabe der Verff. allgemein zur Bestimmung tertiärer und quaternärer Amine verwenden. Die 2. Methode beruht auf der Beobachtung von J. S. SIVADJIAN[3], wonach tert. Amine mit Chloranil in Epichlorhydrin unter Grünfärbung reagieren. Dieser Test wird zu einer quantitativen Bestimmung entwickelt. Bei Verwendung von Aconitsäureanhydrid können noch 3 μg tert. und quaternäres Amin je Milliliter erfaßt werden, mit Chloranil hingegen nur 50 μg/ml tertiäres Amin. — *Arbeitsvorschrift. a) Aconitsäureanhydrid-methode.* Das zu bestimmende Amin wird in Toluol gelöst, wobei 2 ml Lösung etwa 20—70 μg Amin enthalten sollen. Dann fügt man 1 ml Aconitsäureanhydridreagens hinzu (0,25 Aconitsäureanhydrid in 40 ml Essigsäureanhydrid, mit Toluol auf

100 ml verdünnt). Das Gemisch wird 15 sec am siedenden Wasserbad erhitzt, 15 min stehen gelassen, mit 5 ml Toluol versetzt, weitere 15 min stehen gelassen und bei 500 mμ photometriert. — *b) Chloranilmethode.* Das Amin wird in Toluol gelöst, wobei 3 ml Lösung 100—800 μg Amin enthalten sollen. 3 ml dieser Lösung werden in eine Küvette pipettiert, mit 1 ml einer 1%igen Lösung von Chloranil in Toluol versetzt und 15 min auf dem Wasserbad erhitzt. Nach 5 min bestimmt man die Extinktion bei 610 mμ.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 529—531 (1958). Chem. Warfare Labs., Army Chem. Center, Md. (USA). — [2] Biochemic. J. **46**, 578 (1950). — [3] Bull. Soc. chim. France **2**, 623 (1935). G. Kainz

Über die Bestimmung von Mikromengen Sesquimustard, $ClCH_2CH_2SCH_2CH_2SCH_2CH_2Cl$ (I) in Anwesenheit von Mustard, (Lost) $ClCH_2CH_2SCH_2CH_2Cl$ (II) berichtet A. Koblin[1]. Verf. stellt fest, daß I und II mit 4-(p-Nitrobenzyl)-pyridin reagieren, wobei bei Zugabe von Piperidin eine Purpurfärbung von annähernd gleicher Intensität für I und II entsteht. Außerdem geben I und II mit Cu(II)-ionen Kupfersalze. Das Cu-salz von I erzeugt mit o-Dianisidin eine starke Rotfärbung, das Salz von II hingegen nur eine sehr geringe Färbung. Das Beersche Gesetz ist hierbei bis 100 μg erfüllt. Mit 4-(p-Nitrobenzyl)-pyridin kann daher die Summe von I und II bestimmt werden, mit o-Dianisidin nur I. Die gefundenen Werte für I liegen zwischen 90 und 100% der Theorie. — *Arbeitsweise. Bestimmung von I + II.* Die in Äthanol gelöste Probe wird mit 4-(p-Nitrobenzyl)-pyridin-Reagens versetzt, 15 min auf 70° C erhitzt und sodann mit Filter Nr. 54 (Klett-Summerson-Colorimeter) photometriert (A_1). — *Bestimmung von I.* 1 ml der in Äthanol gelösten Probe, die 20—100 μg von I enthalten soll, wird in eine Klett-Küvette pipettiert und mit 1 ml Dianisidinreagens (0,1%ige Lösung in abs. Äthanol) versetzt. Dann fügt man 3 ml Kupferacetatlösung (0,1%ige wäßrige Lösung, die je Milliliter 0,001 ml Essigsäure enthält) hinzu, rührt um, säuert nach 10 min mit 3 ml 18 n Schwefelsäure an und photometriert (A_2). Die Berechnung erfolgt nach folgenden Formeln: I (in μg/ml) = $0{,}714\ A_2 - 0{,}00539\ A_1$; II (in μg/ml) = $0{,}253\ A_1 - 0{,}671\ A_2$.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 430—432 (1958). Warfare Labs., Army Chem. Center Md. (USA). G. Kainz

Ein Verfahren zur Submikrobestimmung von N-Methylgruppen sowie von Alkoxyl- und N-Methylgruppen nebeneinander teilen R. Belcher, M. K. Bhatty und T. S. West[1] mit. Die Methode ist eine Modifikation derjenigen von J. Herzig und H. Meyer[2]. — *Ausführung.* Die Apparatur ist die gleiche, die schon bei der Alkoxylbestimmung[3] verwendet worden ist. Es ist lediglich der Apparatur über das Einleitungsrohr noch ein Zersetzungskolben vorgeschaltet, der mit einem elektrisch geheizten Aluminiumblock auf 360° C erhitzt wird. Der andere Kolben wird mit einem gasgeheizten Aluminiumblock auf 150° C erhitzt. — Etwa 50 μg Substanz werden in ein Platinschiffchen eingewogen und durch den Seitenarm in den ersten Kolben übergeführt. Dazu gibt man der Reihe nach 20 mg Ammoniumjodid, 0,05 g Phenol, 2 Tr. 2%ige Goldchloridlösung und 0,5 ml jodfreie Jodwasserstoffsäure. Der Kolben wird mit Siedeperlen bis in den Ansatz hinein gefüllt und das Gaseinleitungsrohr aufgesetzt. Der Schliff wird mit Siliconfett gedichtet. Man beschickt den Wäscher mit 8 ml frisch bereiteter, 10%iger wäßriger Natriumantimonyltartratlösung und das Absorptionsgefäß mit 1 ml 10%iger Natriumacetatlösung in Eisessig und etwa 0,05 ml Brom. Man leitet mit einer Geschwindigkeit von 1 Blase/sec Stickstoff durch die Apparatur und bringt im Verlaufe von etwa 1½ Std die beiden Kolben auf die vorgeschriebene Temperatur. Nach 3 Std wird die Heizung abgestellt und Wäscher und Absorptionsgefäß werden abgenommen. Die beiden Kolben werden gemeinsam aus den Blöcken entfernt und nach dem Abstellen des Gasstromes

so gekippt, daß die Jodwasserstoffsäure in den ersten Kolben zurücklaufen kann. Jetzt schließt man an den Wäscher ein neues Absorptionsgefäß an und setzt die Apparatur wieder zusammen. Danach wird die Operation wiederholt, die Anheizperiode wird um $^1/_2$ Std kürzer bemessen. Im ganzen werden für jede Probe 3, für einen Blindwert je 2 Zersetzungsdestillationen durchgeführt. — Bei Anwesenheit von Methoxylgruppen wird zunächst der erste Kolben auf 160° C, der zweite auf 50° C in 30 min erhitzt und 1 Std belassen. Die Gasgeschwindigkeit beträgt 1 Blase je Sekunde. Danach wird ein neues Absorptionsgefäß angeschlossen und die Bestimmung der Methylgruppen wie oben durchgeführt. Die Titrationen zur Methoxyl- und N-Methylgruppenbestimmung in den Absorptionsflüssigkeiten werden wie früher beschrieben[4] ausgeführt. 1 μl 0,01 n $Na_2S_2O_3$-Lösung $\triangleq$ 0,025 μg Methyl.

[1] J. chem. Soc. (London) **1958**, 2393—2396. Univ. Birmingham (England). — [2] Mh. Chem. **15**, 613 (1894); **16**, 599 (1895); **18**, 379 (1897); vgl. diese Z. **34**, 458 (1895); **35**, 90 (1896); **37**, 693 (1898). — [3] Belcher, R., M. K. Bhatty u. T. S. West: J. chem. Soc. (London) **1957**, 4480; vgl. diese Z. **162**, 439 (1958). — [4] Friedrich, A.: Mikrochemie **7**, 195 (1929); vgl. diese Z. **100**, 434 (1935).

Margot Zimmermann

Zur Bestimmung von Chlorogensäure, die eine adstringierende Komponente von Kaffee darstellt, schlagen J. Erkama und K. Kauppila[1] vor, Chlorogensäure papierchromatographisch von der gleichzeitig anwesenden Kaffeesäure zu trennen. Zur Lokalisierung der beiden Verbindungen am Chromatogramm wird die Farbreaktion mit Nitrit benützt. Die Bestimmung der Chlorogensäure erfolgt photometrisch nach Extraktion aus dem Chromatogramm. — *Arbeitsweise.* Der getrocknete Rohkaffee wird gemahlen und durch ein Sieb (Maschenweite: 120 mesh) gegeben. 5 g werden mit 50 ml 70%igem Isopropylalkohol übergossen und unter gelegentlichem Rühren 1 Tag stehen gelassen. Nach Filtration werden je 20—80 μl dieser Lösung auf Whatman-Papier Nr. 1 aufgebracht und mit n-Butanol-Eisessig-Wasser (4 : 1 : 5) 26 Std bei 19° C entwickelt. Nach dem Trocknen bei 30° C besprüht man einen Teil des Chromatogramms mit Nitritreagens (gleiche Volumina 10%ige Essigsäure und 1%ige Natriumnitritlösung). Der R_f-Wert von Chlorogensäure ist 0,50, der der Kaffeesäure 0,80. Zur quantitativen Bestimmung schneidet man den Fleck der Chlorogensäure aus, schüttelt mit 10 ml 70%igem Isopropylalkohol 1 Std und mißt die Extinktion bei 327 mμ. Die Genauigkeit der Methode beträgt mindestens $\pm$ 5%.

[1] Suomen Kemistilehti Ser. A. **31**, 82—84 (1958). Univ. Helsinki (Finnland)

G. Kainz

Die potentiometrische Bestimmung von Acrylsäurenitril gründen A. P. Terent'ev, S. I. Obtemperanskaja und M. M. Buzlanova[1] auf die Reaktion mit Natriumsulfit: $CH_2 = CH \cdot CN + Na_2SO_3 + H_2O \rightarrow NaSO_3 \cdot CH_2 \cdot CH_2CN + NaOH$. Die entstandene Lauge wird mit 0,1 n Salzsäure titriert. — *Ausführung.* 1 g Acrylsäurenitril (getrocknet mit $CaCl_2$ und redestilliert) wird in einer Ampulle mit 25 ml Dioxan (über Na destilliert) und 25 ml 0,5 n Natriumsulfitlösung übergossen, die Ampulle wird in einem 250 ml-Meßkolben zerdrückt und mit der Sulfitlösung aufgefüllt. Nach 5 min verdünnt man eine Abnahme von 25 ml mit 10 ml Wasser und titriert mit 0,1 n Salzsäure unter Rühren an einer Glaselektrode, indem man die Säure anfangs in Mengen von je 1 ml, gegen Ende tropfenweise zugibt. Die Messung des Potentials erfolgt jedesmal 2—3 min nach Säurezugabe. Die Beimengung von Äthylencyanhydrin stört nicht. Die Ergebnisse sind befriedigend (Beleganalysen). 1 ml 0,1 n Säure entspricht 5,306 mg Acrylsäurenitril.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 157 (1958). [Russisch]. Lomonosov-Univ., Moskau.

A. v. Wilpert

Namen- und Sachverzeichnis des 165. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Aaland, A. E., siehe Dumbar, R. E.

A.B.C.M.-S.A.C. Committee, Bestimmung von Phosphaten und säurelöslichen Sulfaten in Handelsabwässern 49

Abd El Raheem A. A., und A. M. Amin, Omega Chrome Black PPV, a New Metal Indicator 416 [Or.]

Abd El-Wahab, M. F., siehe Barakat, M. Z.

Abramovič, L. Ju., siehe Turkel'taub, N. M.

Abu-Haydar, G., siehe Al-Khalidi, U.

Adams, E. C., siehe Free, A. H.

Adams, R. N., siehe Lee, J. K.

Aepli, O. T., siehe Beyer, K. W.

Agasjan, P. K., siehe Lomakina, L. N.

Agterdenbos, J. Yvonne, de Wijs, C., und Ordelman, J. E. Aufschluß von Bariumsulfat mit Chlorwasserstoffgas und Bestimmung des Barium durch Titration des gebildeten Chlorids 421 [Or]

Aihara, T., Machida, H., und Yoneda, Y. Colorimetrische Bestimmung von Chloramphenicol 393.

Aihara, T., und Sato, K. Trennung von Chloramphenicol und seinen Zersetzungsprodukten 393

Akatsuka, M. Bestimmung der Glykoside, Digitoxin, Strophantin und Quabain 306

Akaza, I., siehe Kiba, T.

Aksenenko, V. M., siehe Onufrienok, I. P.

Albu, I., siehe Kékedy, L.

Alekseev, N. F., und Dvinjanina, M. P. Bestimmung von Ammoniak neben Methylamin 145

Alekseev, N. F., Jakobson, L. G., Dvinjanina, M. P., und Lavrent'eva, N. N. Schnellanalyse von Gemischen, die Ammoniak und Methylamine enthalten 145

Al-Khalidi, U., Abu-Haydar, G., Chernigoy, F., und Kerr, S. E. Molekulargewichtsbestimmung von niederen Polynucleotiden 319

Allen, T. L. Mikrobestimmung von Chrom mit 1,5-Diphenylcarbohydrazid 459

Almássy, Gy., und Dezsö, I. Trennung des Kupfers von anderen Metallen 281

Almássy, Gy., Dezsö, I., und Széll, T. Anwendung von Hydroxynitrochalconen in der Mikroanalyse von Erdalkalimetallen 282.

Almássy, Gy., Nagy, Z., und Straub, J. Bestimmung von Uran 141. — Siehe auch Nagy, Z.

Althouse, P. M., siehe Smith, E. C.

Amberg, C. H. Gas-Flüssigkeits-Verteilungschromatographie organischer Schwefelverbindungen 121

Amin, A. M., siehe Abd El Raheem, A. A.

Anbar, M. Bestimmung des Isotopenverhältnisses des Sauerstoffs in Wassermengen zwischen 25 und 100 mg 49

Andersch, M. A. Eiweißbestimmungsmethode 229

Anderson, F. W., und Moser, J. H. Automatisches Rechenprogramm für die Anwendung emissionsspektrographischer Meßwerte 436

Anderson, L. E., siehe Janssen, F. W.

Anderson, P. R., siehe McFadyen, D. A.

Andresen, G., siehe Feulgen, R.

Anglin, C., und Mahon, J. H. Bestimmung von Maleinylhydrazid-Rückständen auf Pflanzenmaterial 216

Apostol, R. R., siehe Roboz, E.

Ariel, M., und Enoch, P. Polarographische Bestimmung von Blei in Zinnlegierungen 298

Aronoff, S. Bestimmung von Porphyrinen mit Nitrobenzol 398

Asami, T. Bestimmung von N^1-Methylnicotinamid im Urin 239

Atkin, M., siehe Miles, M. J.

Atō, S., Tanabashi, M., und Watanabe, I. Bestimmung von Zink in Zinkerzen 207

Awe, A., und Stohlmann, H. Bestimmung von Vasculat 397

Babko, A. K., und Volkova, A. I. Amperometrische Bestimmung von Molybdän in Gegenwart von Nickel 300

Bag, S. P., siehe Majumdar, A. K.
Bahner, F. Bestimmung von Aceton und Acetessigsäure 225
Bain, D., siehe Forrester, S. D.
Baiulescu, Gh. Vergleichende Untersuchungen über Reaktionen des dreiwertigen Galliums 142. — Siehe auch Pirtea, D., sowie Popa, G.
Bakács-Polgár, E., siehe Szekeres, L.
Ball, J. S. Bestimmung von Disulfiden 384
Ba Loc, T., siehe Duval, Cl.
Balog, J. A., siehe Ludeman, H. A.
Banerjee, S. N., siehe Siddhanta, S.K.
Banick, W. M., siehe Smith, G. F.
Banks, J., und Robson, J. Schnelle Bestimmung von Chlorid, Sulfat, Phosphat, Sulfit und der Gesamtacidität in Kesselwasser 50
Bapat, M. G., und Tatwawadi, S. V. Titration von Arsen, Hydrazin, Thiosulfat und Rhodanid mit Jodat 361
Barakat, M. Z., Abd El-Wahab, M. F., und El-Sadr, M. M. Bestimmung von Vitamin C 156
Barker, G. C. Theorie und Grundzüge der „Square wave"-Polarographie 442
Barker, G. C., und Jenkins, J. L. Theorie und Grundzüge der „Square wave"-Polarographie 442
Barrollier, J., Heilman, J., und Watzke, E. Nachweis von Aminosäuren 391
Bartel, R., und Goldblatt, A. Registrierende spektrometrische Analyse von Gußeisenlegierungen 56
Bartha, L., und Görög, S. Bestimmung kleiner Mengen Kobalt 369
Barton, G. M., und Gardner, J. A. F. Bestimmung von Dihydroquercetin 390
Bastings, L., siehe Claassen, A.
Bauminger, B. B. Mikrobestimmung von Sulfat mit 4-Amino-4′-chlordiphenyl 363
Bayer, I., und Posgay, E. Perchlorsäuretitration von Basen, die SH- oder S-Gruppen enthalten 390
Beamisch, F. E., siehe Westland, A. D.
Beck, M. T. (M.), siehe Szabó Z. G. (Z.)
Beeler, R. G., siehe Berg, R. L.
Behre, J. A. Bestimmung von Ketonkörpern mit Salicylaldehyd 225
Belcher, R., Bhatty, M. K., und West, T. S. Submikrobestimmung von N-Methylgruppen sowie von Alkoxyl- und N-Methylgruppen nebeneinander 463
Belcher, R., Leonhard, M. A., und West, T. S. Neue Indicatoren in der Komplexometrie 446
Belcher, R., Nutten, A. J., und Stephen, W. I. Mikrobestimmung von Sulfat mit 4-Amino-4′-chlordiphenyl 363
Belenkaja, A. P., siehe Kazanskij, B. A.
Belenkij, B. G. Bestimmung von Ascorbinsäure im Blut 236
Benedek, L. Untersuchung von Farbstoffen in Paprikamahlgut 156
Benedetti-Pichler, A. A. Experimentieren unter dem Mikroskop 133
Bengtsson, T. A. Mikrobestimmung von Sulfat mit 4-Amino-4′-chlordiphenyl 363
Benson, A., siehe Falk, J. E.
Beránek, M., siehe Seidl, K.
Berenblum, I., und Chain, E. Bestimmung des radioaktiven Phosphors in Adenylnucleotiden 320
Berg, G. G. Papierchromatographische Trennung von Polyphosphaten 148
Berg, H., und König, K. H. Polarographische Untersuchung cytostatischer Chinonderivate 236
Berg, R. L., und Beeler, R. G. Zonenelektrophorese von Proteinen 230
Bergmann, G., siehe Jentsch, D.
Bergmann, H., siehe Thiele, O. W.
Berlingozzi, S., und Parrini, V. Papierelektrophoretische Trennung von Cumarinen 377
Bernhart, D. N., siehe Chess, W. B.
Bernštejn, V. N. Bestimmung von Coffein 369
Bertram, F., siehe Krempl, H.
Bertucat, M., siehe Mesnard, P.
Besuglyi, V. D., siehe Dmitrijeva, V. N.
Bevenue, A., und Williams, K. T. Papierchromatographische Bestimmung von Raffinose und Melibiose in Pflanzenmaterial 216
Beyer, K. W., und Aepli, O. T. Spektrochemische Bestimmung von Verunreinigungen in kommerziellem Ammoniumchlorid 67
Bhansali, K., siehe Lach, J. L.
Bhatnagar, C. S., siehe Saxena, R. S.
Bhatty, M. K., siehe Belcher, R.
Bhuchar, V. M., siehe Verma, M. R.
Bieber, B., und Večeřa, Z. Bestimmung von sechswertigem Uran 288
Blachère, H., und Ferry, P. Bestimmung von Nitrat und Gesamtstickstoff im Boden 68

Black, J., siehe Gollub, S.
Blaug, S. M., siehe Lach, J. L.
Blažek, J. Bestimmung von 1-(4-Hydroxyphenyl)-1-hydroxy-2-n-butylamino-äthansulfat 397. — Siehe auch Kráčmar, J.
Blažek, J., und Stejskal, Z. Bestimmung von Sulfonen mit blockierter aromatischer Aminogruppe 394
Blix, G. Mikrobestimmung von Hexosamin 44
Blumenkrantz, N. Mikronachweis von Mucopolysaccharide durch Fällung mit Toluidinblau 234
Boaz, H. E., und Forbes, J. W. Messung des p_H-Wertes während des spektralphotometrischen Messens 119
Bode, E., und Waldschmidt, M. Bestimmung von Jod in biologischem Material 75
Böhm, M., und Zimmermann, H. Bestimmung von Aceton und Acetessigsäure in 0,1 ml Blut 225
Bognár, J. Mercurimetrische Bestimmung von Rhodanid-, Cyanid- und Quecksilber(II)-ionen 145
Boguth, W., siehe Feulgen, R.
Bohon, R. L., Isaac, R., Hoftiezer, H., und Zellner, R. J. IR-spektroskopische Bestimmung von Alkylpyridinen 47
Boken, E. Bestimmung des „pflanzenverfügbaren Mangans" 69
Bollier, M. E., siehe Peterson, R. E.
Bollmeyer, K. Bestimmung der Bodenfeuchte aus der Messung der Wärmeleitfähigkeit 67
Bolšova, T. A., siehe Starobinec
Bomstein, J. Identifizierung von Oxiranen 377
Bonavita, V., siehe Scardi, V.
Booman, G. L., Elliott, M. C., Kimball, R. B., Cartan, F. O., und Rein, J. E. Bestimmung der freien Säure in Lösungen hydrolisierbarer Salze 449
Booth, E., Bryant, E. J., und Parker, A. Bestimmung von Gasen in Metallen 379
Booth, E., und Evett, T. W. Photometrische Bestimmung von Eisenspuren in Wismut 55
Booth, E., und Parker, A. Bestimmung von Sauerstoff in Beryllium nach der Mikro-Vakuumschmelzmethode 295
Borisova, L. V., siehe Rjabčikov, D. I.
Botquin, G., siehe Dupire, F.
Bouat, A., und Dulac, J. Volumetrische Mikrobestimmung von Stickstoff, Chlor und Kupfer in Boden- und Pflanzenproben 68
Boulin, R., und Jaudon, E. Einfluß der Temperatur auf die Strömungsgeschwindigkeit des Sauerstoffs bei der Bestimmung von Kohlenstoff im Stahl 57
Bouman, J., und Slater, E. C. Bestimmung von α-Tocopherol in getrockneten Herzmuskelpräparaten 237
Bowden, C. H., MacLagan, N. F., und Wilkinson, J. H. Mikrojodidbestimmung 75
Bowen, I. S., und Millikan, R. A. Bestimmung von Phosphor im Stahl 57
Bowles, P. E., siehe Stollé, R.
Brabson, J. A., siehe Wendlandt, W. W.
Bradshaw, W., siehe Silverman, L.
Bradshaw, W. S., siehe Ingamells, C. O.
Braicovich, L., und Landi, M. F. Bestimmung von Natrium in Aluminiumoxyden 206
Braun, K.-H. Bestimmung von Bleitetraäthyl in Kraftstoffen 386
Bricker, C. E., und Schonberg, S. S. Titration von Vanadium(V) und Chrom(VI) 457. — Siehe auch Waterbury, G. R.
Bril, J. Bestimmung von Aluminium und Eisen in technischem Silicium 297
Broman, L., siehe Dyfermann, A.
Brophy, D., siehe Cipriani, A.
Brown, F. Reagens auf α-Tocopherol 237
Bruening, C. F., Hall, W. L., und Kline, O. L. Schnellbestimmung der Reinheit von Vitamin B_{12} in pharmazeutischen Präparaten 204
Bruening, C. F., Neuss, J. D., Numeroff, P., und Kline, O. L. Bestimmung von Cobalamin 204
de Bruin, H. J., siehe Smythe, L. E.
Bruninx, H., siehe Hadorn, H. J.
Brunisholz, G., und Cahen, R. Trennung und Bestimmung von Seltenen Erden mit Äthylendiamintetraessigsäure 286
Brunisholz, G., und Randin, M. Löslichkeitsdiagramm der ÄDTA-Komplexe von Gadolinium und Yttrium 286
Bruss, O., siehe Daghetta, A.
Bryant, E. J., siehe Booth, E.
Buchar, E., und Suchý, K. Trennung isomerer Kobalt- und Chromkomplexe 370

Bucke, B., siehe Schön, H.
Büchi, J., und Schumacher, H. Trennung der Hydrastisalkaloide 312
Buras jr., E. M., Cooper, A. S., und Cruz, M. D. Analyse von gebrauchten Acetylierbädern in Baumwollwarenfabriken 159
Burnham, H. D., Hower, J., und Jones, L. C. Röntgenfluorescenzspektroskopische Untersuchung von legierten Stahlproben 56
Busev, A. I., und Ivanjutin, M. I. Dialkyl- und Diaryldithiophosphorsäuren als analytische Reagentien 445
Busev, A. I., Ivanjutin, M. I., und Fejgina, E. M. Colorimetrische Bestimmung von Kupfer in Nickelelektrolyten und Nickeldiäthyldithiophosphat 66
Busev, A. I., Kiseleva, L. V., und Čerkesov, A. I. Komplexometrische Bestimmung von Thorium mit PAN als Indicator 452
Busev, A. I., und Tipcova, V. G. Komplexometrische Bestimmung von Thallium 456
Buyske, D. A., Wilder jr., P., und Hobbs, M. E. Untersuchung von Zigarettenrauch 219
Buzlanova, M. M., siehe Terent'ev, A. P.
Byrko, V. M., siehe Gibalo, I. M.

Cahen, R., siehe Brunisholz, G.
Cali, L. J., Loveland, J. W., und Partikian, D. G. Bestimmung von Halogenen in Petroleumprodukten 386
Campen, W. A. C., siehe Gerretsen, F. C.
Capizzi Maitan, F., siehe Ubaldini, I.
Caprov, A., siehe Modreanu, F.
Cardenas, A. A., siehe Sass, S.
Cartan, F. O., siehe Booman, G. L.
Carter, C. E., siehe Cohn, W. E.
Cassata, S., siehe Ubaldini, I.
Caton, D. C., siehe Solomon, A. K.
Cavagnol, J. C., siehe Feldman, D. H.
Cavallini, D., und Mondovi, B. Anwendung von Formaldehyd zur Vermeidung von Artefacten bei der chromatographischen Bestimmung von Ketosäuren 374
Ceauşescu, D. Schnellbestimmung von Sulfat-, Chlorid- und Nitration im Wasser in einer Probe 424 [Or]
Cencelj, J. Flammenphotometrische Aluminiumbestimmung 284
Ceriotti, G. Bestimmung von Nucleinsäuren 71
Čerkesov, A. I., siehe Busev, A. I.
Cessi, C. Bestimmung des radioaktiven Phosphors in Adenylnucleotiden 320
Chadeev, V. A., siehe Ždanov, A. K.
Chain, E., siehe Berenblum, I.
Chakrabartty, M. M., siehe Majumdar, A. K.
Chakraborty, S., siehe Chanda, N. B.
Chanda, N. B., und Chakraborty, S. Papierchromatographische Bestimmung von Purinen 47
Chatten, L. G., siehe Pernarowski, M.
Chatterji, K. K. Bestimmung von Kupfer und Zink in Salzlösungen sowie Bestimmung von Zink in Messing 52
Chemla, M. Einsatz chromatographischer und elektrophoretischer Methoden zur Trennung von Isotopen 125
Cheng, K. L. Verwendung von 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol als Indicator bei der komplexometrischen Titration von Cu, Cd, Zn und Ni 135. — Bestimmung von Silber mit Benztriazol 136. — Siehe auch Lott, P. F.
Chernigoy, F., siehe Al-Khalidi, U.
Cheronis, N. D. Entwicklung und Stand der organischen Mikroanalyse 461
Chess, W. B., und Bernhart, D. N. Bestimmung kleiner Mengen von Diphosphat neben Monophosphat 147
Christian, J. E., siehe Duncan, J. B.
Chu, T. C., Green, A. A., und Ju-Hwa Chu, E. Papierchromatographische Trennung von Uroporphyrinen 399
Chu, T. C., und Ju-Hwa Chu, E. Chromatographische Trennung und Bestimmung von Uroporphyrinen 399
Churáček, J., siehe Jureček, M.
Číhalík, J. Anwendung von Jodmonochlorid zur potentiometrischen Titration von Eisen(II), Titan(III) und ÄDTA 460
Cimerman, Ch., und Pavlovec, R. Gravimetrische Bestimmung von Cadmium 283
Cipriani, A., und Brophy, D. Eiweißbestimmung 229
Ciriello, C., siehe Segre, A.
Claassen, A., und Bastings, L. The Gravimetric Determination of Nickel with Demethylglyoxime in the Presence of Copper 354 [Or]
Clarke, E. G. C. Identifizierung von Antimalariamitteln 389

Clayton, R. F., Hardwick, W. H., Moreton-Smith, M., und Todd, R. Extraktionsmethode zur Bestimmung von Uran 141
Čmutov, K. V., siehe Olšanova, K. M.
Coch Frugoni, J. A. Nachweis von Sulfat auf Papierchromatogrammen 149. — Siehe auch Marini-Bettóllo, G. B.
Codell, M., siehe Norwitz, G.
Coggeshall, N. D., siehe Crable, G. F.
Cohn, W. E., und Carter, C. E. Bestimmung von Phosphaten 79
Collier, Ph. R., siehe Fish, V. B.
Collins, F. D., siehe Wheeldon, L. W.
Collins, P., und Diehl, H. 1,2-Cyclodecandioxim als Reagens 131
Conseiller, Y., und Courteix, J. Aufbau eines neuen Hochfrequenztitrimeters 449
Constantinescu, V., siehe Pirtea, Th. I.
Cook, M. H., siehe Free, A. H.
Cooper, A. S., siehe Buras jr., E. M.
Cooper, J. R., siehe Udenfriend, S.
Corbett, J. A. Bestimmung von Mangan in Titan 379
Corcoran, A. C., und Page, I. H. Bestimmung von Mannit 233
Corcoran, G. B. Untersuchung von Zigarettenrauch 219
Cosgrove, J. F., siehe Morrison, G. H.
Cosijn, A. H. M., und van der Molen, H. J. Polarographische Bestimmung von drei- und fünf-wertigem Arsen 360
Cosma, M., siehe Liteanu, C.
Costache, C., Nistor, E., Tănăsescu, C., Mico, E., und Havas, A. Bestimmung von Nucleinsäure in Geweben 319
Coursier, J., siehe Jouy, A. D.
Courteix, J., siehe Conseiller, Y.
Cozzi, D., und Raspi, G. Extraktion von Indiumphenylacetat 455
Craadijk, M. M., siehe Gerber, N.
Crable, G. F., und Coggeshall, N. D. Anwendung und Prinzipien der totalen Ionisation auf massenspektrometrischem Wege 444
Cresseri, A., und Giacalone, O. Versuche zur elektrophoretischen Analyse von Frauenmilch 77
Cruz, M. D., siehe Buras jr., E. M.
Culkin, F., und Riley, J. P. Bestimmung von Gallium in Gesteinen und Mineralien 208
Čůta, F. Derzeitiger Stand der Coulometrie 126
Cyrot, J. Bestimmung von Carbonylgruppen in abgebauter Cellulose 158
Cyvina, B. S., und Vladimirova, V. M. Bestimmung von Indium in Sphaleritkonzentraten 144
Czerwiński, W. Bestimmung von Naphthalindisulfonsäuregemischen 376

Daghetta, A., und Bruss, O. Bestimmung von β-Carotin in Fruchtsäften 156
Dannenberg, E. Bestimmung von Chlorid 365
Danti, M. Elektrometrische Methode zur Messung des r_H- und p_H-Wertes in biologischen Flüssigkeiten 71
Dat Xuong, N., siehe Duval, Cl.
Davenport jr. W. H., und Thomason, P. F. Untersuchung von Uransalzlösungen in organischen Lösungsmitteln 287
Davies, D. A. L. Nachweis von Aldoheptosen in wäßriger Lösung 44
Davis, D. G., und Lingane, J. J. Elektrolytische anodische Entwicklung von Silber(II)-Ionen 126
Davis, H. M., siehe Reynolds, G. F.
Dawson, Ch. R., siehe Stark, G. R.
Day jr., R. A., siehe Powers, R. M.
Dean, L. A., siehe Mackenzie, A. J.
Decker, P., und Kikodse, K. Charakterisierung von komplizierten Naturstoffgemischen durch simultane mehrdimensionale Papierchromatographie 337 [Or]
Dedic, G. A., siehe Koch, O. G.
Deičman, E. N., und Tananaev, I. V. Bestimmung kleiner Mengen Indium 455
Dellis, E. P., siehe McKennis jr., H.
Delmas, J., siehe de Montleau, Ph.
Desai, M. W., und Murthy, T. K. S. Bestimmung von Uran neben Eisen 288
Dey, A. K., siehe Mukherji, A. K. sowie Singh, E. J.
Dezsö, I., siehe Almássy, Gy.
Diebel, H. Auswerteverfahren und Fehlerquellen der quantitativen Spektralanalyse 437
Diehl, H., siehe Collins, P., sowie Smith, G. F.
Diemair, W., und Müller, M. Fettbestimmung in Mayonnaisen 155
Dietrich, P., und Mercier, D. Trennung basischer Pyrazine 47
Dizdar, Z. I., und Obrenović, I. D. Untersuchung von Uransalzlösungen in organischen Lösungsmitteln 287

Djatlova, N. M., siehe Lastovskij, R. P.
Dmitrijeva, V. N., und Besuglyi, V. D. Bestimmung von Hydrochinon in Methylmethacrylat 219
Dobbs, A. G. R., siehe Hill, S.
Dodson, E., siehe Seligson, D.
Doiwa, A., siehe Fischer, J.
Dorhout Mees, E. J., Kampman, J. W., und Verschure, J. C. M. Bestimmung von Mannit im Blut 233
Dulac, J., siehe Bouat, A.
Dunbar, R. E., und Aaland, A. E. Nachweis von Aldehyden und Ketonen mit Hilfe ihrer Semicarbazone 41
Duncan, J. B., und Christian, J. E. Polarographische Bestimmung von Arzneimitteln 304
Dunstone, E. A., siehe Forss, D. A.
Dupire, F., und Botquin, G. Analyse schwerer Teeröle 121
Dupuis, J., siehe Dupuis, T.
Dupuis, T., und Dupuis, J. Gleichzeitige thermogravimetrische Bestimmung von Calcium und Magnesium im Dolomit 207
Durrum, E. L., siehe Jencks, W. P.
Dušinský, G., und Tyllová, M. Bestimmung von Santonin in verschiedenen Teilen der Artemisia martima L. 304
Duval, Cl., und Ba Loc, T. Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 371
Duval, Cl., und Dat Xuong, N. Anwendung von Thiocarbohydrazid zur gravimetrischen Bestimmung von Aldehyden und einigen Ketonen 371
Duyckaerts, G., siehe Moussebois, C.
Dvinjanina, M. P., siehe Alekseev, N. F.
Dyfermann, A., und Broman, L. Papierchromatographische Trennung von Phosphorsäureestern der Erythrocyten Geisteskranker 74

Earle, T. E. Bestimmung von Mercaptanen 384
Easterbrook, W. C., und Hamilton, J. B. Bestimmung des Äthylestergehaltes von Polymeren 218
Ebel, J.-P. Papierchromatographische Trennung von Polyphosphaten 148
Eckhard, S. Spektrochemische Phosphorbestimmung im Stahl 57
van Eekelen, M., siehe Emmerie, A.
Ehrlich, P., und Keil, Th. Borsäurebestimmung in Gläsern durch Destillation des Borsäuremethylesters unter Kreislaufführung des Methanols 188 [Or]
Eisenkolb, F., und Müller, K. Überprüfung der Verfahren zur Bestimmung von Aluminiumoxyd in Sinteraluminium 295
Elinson, L. V., und Oleznjuk, V. A. Bestimmung von Uran durch Fällung mit Kupferron 454
Ellenburg, J. Y., siehe Feldman, C.
Ellin, R. I., Kondritzer, A. A., und Rosenblatt, D. H. Reinheitsprüfung von 2,3-Dimercapto-1-propanol 392
Elliott, M. C., siehe Booman, G. L.
El-Sadr, M. M., siehe Barakat, M. Z.
Elson, L. A., und Morgan, W. T. J. Mikrobestimmung von Hexosamin 44
Emmerie, A., und van Eekelen, M. Bestimmung von Vitamin C 157
Emmerie, A., und Engel, C. Bestimmung von α-Tocopherol 237
Engel, C., siehe Emmerie, A.
Engle jr., R. L., siehe Woods, K. R.
Enoch, P., siehe Ariel, M.
Erdey, L., siehe Jankovits, L.
Erkama, J., und Kauppila, K. Bestimmung von Chlorogensäure 464
Evett, T. W., siehe Booth, E.
Exley, D. Bestimmung von Hexosamin 44

Falk, J. E., und Benson, A. Trennung von Uroporphyrinen 399
Farag, A., siehe Korkisch, J.
Fassel, V. A., und Gordon, W. A. Bestimmung von Sauerstoff in Titan und Titanlegierungen 378
Feigl, F., und Goldstein, D. Nachweis von Perchloraten 367
Fejgina, E. M., siehe Busev, A. I.
Feldman, C., und Ellenburg, J. Y. Kontrolle des Gehaltes an Seltenen Erden in Thorium und Uran 296
Feldman, C. H., Kelsey, H. S., und Cavagnol, J. C. Bestimmung von Chlortetracyclin (Aureomycin) 398
Ferguson, W. S., siehe Laitinen, H. A.
Ferry, P., siehe Blachère, H.
Feulgen, R., Boguth, W., und Andresen, G. Bestimmung von freiem Plasmal 226
Fey, L. Bestimmung von Urombral 397
Fialkovskaja, O. V. Bestimmung von Thiophen und Schwefelkohlenstoff in Rohbenzol 214
Fiedler, U. Bestimmung von Triterpensäuren 46
Finholt, P. Bestimmung von Saponin an Hand der Dosis-Wirkungskurven der Saponinhämolyse 389

Fischer, J., und Doiwa, A. Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 118
Fischer, R. B., und Ring, Ch. E. Infrarotspektroskopische Untersuchung von Mineralbestandteilen 61
Fischl, J., und Pinto, N. Vereinfachung serienmäßiger Urinuntersuchungen 78
Fişel, S., siehe Modreanu, F.
Fish, V. B., und Collier, Ph. R. Halbmikro-Kjeldahl-Verfahren zur Untersuchung einiger Halogene und Sauerstoff-Halogen-Derivate von Pyridin 292
Fiske, C. H., und Subbarov, Y. Bestimmung von Phosphat 320
Fleury, P., siehe The, T. P.
Fleury, P. F., und Lange, J. Bestimmung von Perjodat 367
Flickinger, L. C., Polley, E. W., und Galletta, F. A. Spektralanalyse von Stahllösungen mit einer Mittelstift-Elektrode 439. — Spektrochemische Bestimmung von Blei in Stahl 57
Forbes, J. W., siehe Boaz, H. E.
de Ford, D. D., siehe Miller, J. W.
Forrester, S. D., und Bain, D. Bestimmung von β-Naphtholsulfonsäuren 45
Forss, D. A., und Dunstone, E. A. Bestimmung von Carbonylverbindungen in Benzol 214
Forster, F. M., siehe Roboz, E.
Frediani, H. A., siehe Mader, W. J.
Fredrickson, D. S., und Ono, K. Bestimmung von ^{14}C-Aktivitäten in ausgeatmeter Luft 73
Free, A. H., Adams, E. C., Kercher, M. L., Free, H. M., und Cook, M. H. Nachweis von Glucose im Urin mittels Glucoseoxydase 233
Free, H. M., siehe Free, A. H.
Freiser, H., siehe McKameney, J. P. sowie Walter, J. L.
Frelek, Z., siehe Waksmundzki, A.
French, J. R., siehe Young, J. P.
Freund, H., und Holbrook, W. F. Bestimmung von Zirkonium neben Hafnium 290
Frugoni, J. A. C., siehe Coch Frugoni, J. A. sowie Masini-Bettólo, G. B.
Füsti Molnár, S., siehe Légrádi, L.
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M., sowie Kolthoff, I. M.
Fujioka, S., siehe Masui, M.
Funusaka, W., Kojima, T., Ishibashi, M., und Kita, H. Trennung von Mono-, Di- und Trichloressigsäure 373
Gagnon, P. E., Keirstead, K. F., und Newbold, B. T. Bestimmung des Schwefelsäureestergehaltes in unstabilisierter Nitrocellulose 159
Gagnon, P. E., Keirstead, K. F., und Yamasaki, D. Bestimmung des Schwefelsäureestergehaltes von Nitrocellulose 159
Gal, E. M., und Roth, E. Spektrophotometrische Bestimmung der Cholinesteraseaktivität 79
Galletta, F. A., siehe Flickinger, L. C.
Ganguli, N. C., Chromatographische Technik 74
Gardiner, S. D., und Keyte, H. J. Bestimmung von Wasser in raffinierten Zuckern 202
Gardner, J. A. F., siehe Barton, G. M.
Garton, F. W. J. Spektrographische Bestimmung von Bor in Graphit 64
Gauguin, R. Zusammenhänge bei der Potentiometrie mit konstantem Strom 125
Gaur, H. C., siehe Laitinen, H. A.
Gauzzi, F. Analyse eines Gemisches von metallischem Zinn, Zinn(II)-oxyd und Zinn(IV)-oxyd 64. — Siehe auch Spinedi, P.
Gedin, H. I., und Porath, J. Zonenelektrophorese von Serumproteinen 230
Geilmann, W., und Neeb, K.-H. Die Verwendung der Verdampfungsanalyse zur Erfassung geringster Stoffmengen. II. Der Nachweis und die Bestimmung kleinster Thalliumgehalte 251 [Or.]
Gerber, N., und Craadijk, M. M. Bestimmung von Fett 155
Gerlach, E., und Weber, E. Chromatographische Technik 74
Gerretsen, F. C., und Campen, W. A. Bestimmung von Kohlenresten in städtischem Müllkompost 70
Giacalone, O., siehe Cresseri, A.
Gibalo, I. M., und Byrko, V. M. Bestimmung von Zink und Cadmium in Form der Cyanoferrate durch radiometrische Titration 137
Gibson, R. B., siehe Johnston, G. W.
Gilbert, H. L., siehe Werning, J. R.
Ginsberg, H., und Wefers, K. Röntgenographische Mineralanalyse der Bauxite 206
Giovanniello, T. J., siehe Peters, T.
Githens sen., R. E., siehe Martens, R. I.

Gladyšev, V. P. Bestimmung kleiner Mengen Selen und Tellur in Stäuben der Bleiproduktion 64
Gochštein, Ja. P. Oscillographisch-polarographische Methoden 129
Görög, S., siehe Bartha, L.
Golby, R. L., siehe Yarbro, C. L.
Goldblatt, A., siehe Bartel, R.
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Golling, E. Bestimmung von Bor in Graphit 63
Golovina, V. A., siehe Kreimer, S. Je.
Golub, S., Black, J., und Ulin, A. W. Bestimmung von Prothrombin in Blut 238
Gonsior, Th., siehe Stumpf, K. E.
Gordon, W. A., siehe Fassel, V. A.
Gotô, H., und Hirokawa, K. Bestimmung von Blei in Elektrolytmangan und Ferromangan 301
Gowda, H. Sanke, siehe Sanke Gowda, H.
Grace, J. T., siehe Werning, J. R.
Graetz, H., und Negelein, E. Bestimmung des Kohlendioxydgehaltes von Gasgemischen 48
Grant, J. A., siehe Rather jr., J. B.
Green, A. A., siehe Chu, T. C.
Green, J., Marcinkiewicz, S., und Watt, P. R. Papierchromatographie von α-Tocopherol 237
Greenfield, S. Flüssigkeitsmeßkammer zur Messung flüssiger Proben nach dem Scintillationsverfahren 443
Greenshields, R. N. Chromatographische Untersuchung der Verteilung einzelner Stoffe in pflanzlichen Geweben 215
Grignon, H., siehe Monnet, R.
Grims, M. Papierchromatographische Trennung von Chinolizidin-Alkaloiden 311
Griswold, B. L., Humoller, F. L., und McIntyre, A. R. Bestimmung von Lipoiden 71
Gross, A. M., siehe Roland jr., J. F.
Gross, D. Trennung von Fettsäuren durch Hochspannungselektrophorese 372
Grossfeld, J. Fettbestimmung in Mayonnaisen 155
Gundermann, E., siehe Leibnitz, E.
Gundlach, H. Komplexometrische Titration in der Erzanalyse 60
Gunther, V. H., siehe Rather jr., J. B.
Gutmann, V., und Schöber, G. Polarographie in nichtwäßrigen Lösungen 129
Gyenes, I. Reinheitsprüfung und Gehaltsbestimmung von Piperidinomethylcyclohexanon 396
Gyenes, I., und Stefkó, B. Bestimmung von p-Hydroxypropiophenon, Pinakon-Acetonverbindungen und Pinakolin 375

Hadorn, H., siehe Suter, H.
Hagino, K., siehe Iwasaki, I.
Hahn, F. L. Endpunktbestimmung bei potentiometrischen Mikroanalysen 442
Halfter, G. Ein Verfahren zur Bestimmung des Bedarfes an Nitriermittel organischer Verbindungen für analytische Zwecke 275 [Or]
Hall, W. L., siehe Bruening, C. F.
Halpern, H. D. Bestimmung der Ungesättigtkeit 462
Hamburger, J., und Rijckewaert, J. Bestimmung von Mannit 233
Hamilton, J. B., siehe Easterbrook, W. C. sowie Haslam, J.
Hara, S. Colorimetrische Bestimmung von Silber 451. — Bestimmung von Gold 451
Hara, S., und Kitahara, S. Abtrennung und Bestimmung von Thorium in Monaziten 208
Harding, V. L., und Harris, A. Eiweißbestimmungsmethode 229
Hardon, H. J., Brunink, H., und van der Pol, E. W. Bestimmung von Mesulfan in Früchten 205
Hardwick, W. H., und Moreton-Smith, M. Bestimmung von Uran-233 141. — Siehe auch Clayton, R. F.
Harris, A., siehe Harding, V. L.
Harris, H. G., siehe Noller, C. R.
Harrison, J. S., siehe Trevelyan, W. E.
Haslam, J., Hamilton, J. B., und Jeffs, A. R. Bestimmung des Äthylestergehaltes in Copolymeren von Polyäthylestern und mit Polymethylmethacrylaten 218
Havas, A., siehe Costache, C.
Havíř, J., siehe Jílek, A.
Headington, C. E., siehe Rather, jr., J. B.
Hegemann, F., und H.-H. Rüssmann Quantitative Spektralanalyse von Spuren verunreinigender Elemente in Spektralkohlen 437
Heilman, J., siehe Barrollier, J.
Heilmeyer, L. Einfluß des Methämoglobins auf die Lagerung und spektrophotometrische Bestimmung von Kohlenoxyd in Blut 74

Hensel, R. P., und Jones, S. A. Automatische Apparatur zur Bestimmung der flüchtigen Bestandteile in Kohle, Koks und Holz 212
Herb, W., und Venner, H. Schnellbestimmung reduzierender Zucker auf Rundfilterchromatogrammen 42. — Siehe auch Venner, H.
Herzig, J., und Meyer, H. Bestimmung von N-Methylgruppen sowie von Alkoxylgruppen neben N-Methylgruppen 463
Hess, W. C., siehe Roboz, E.
Hessler, W., und Meinhardt, G. Harnstoffeinschlußverbindungen zur Untersuchung von Paraffinen 386
Hetzel, H. F., siehe Schulz, M. E.
Heynis, J. W. Y., siehe Maurice, M. J.
Hibbs, L. E., siehe Wilkins, D. H.
Higbie, K. B., siehe Werning, J. R.
Hill, S., und Dobbs, A. G. R. Bestimmung von Wasser in Kristallzucker 201
Hilscher, J.-C., siehe Riemschneider, R.
Hindin, S. G., Lee, J. K., und Weller, S. W. Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in Koks 212
Hirokawa, K., siehe Gotô, H.
Ho, I-Djen, Li, Shih-Cho, und Thang-Soo, Wang Spektrographische Analyse von Schlacken mit einer Napf-Elektrode im Lichtbogen 438
Hobbs, M. E., siehe Buyske, D. A. sowie Quin, L. D.
Hoftiezer, H., siehe Bohon, R. L.
Holbrook, W. F., siehe Freund, H.
Holdoway, M. J., und Willians, J. L. Colorimetrische Bestimmung von Eisen(III) mit Tris-(o-hydroxyphenyl)-phosphinoxyd 368
Holdsworth, E. S. Papierelektrophorese von Tabakmosaikvirus 224
Holness, H., und Stone, W. R. Bestimmung quaternärer Stickstoffhalogenide 222
Holubek, J., Kudrnáč, S., und Novák, M. Bestimmung von Codein, Narcotin und Thebain in Mohnkapseln 315
Holzbecher, Z. Anwendung von Fluorescenzindicatoren bei Neutralisationstitrationen 447. — Maßanalytische Bestimmungsmethoden von Aluminium und Zink unter Verwendung von Fluorescenzindicatoren 285
Hood, A., Anwendung der Prinzipien der totalen Ionisation in der Massenspektrometrie 444
Hori, M., siehe Suzuoki-Ziro
Hower, J., siehe Burnham, H. D.
Humoller, F. L., siehe Griswold, B. L.
Hunebelle, G., siehe Liébecq, C.
Hunold, G. A., und Pietrulla, W. Bestimmung geringer Ozonmengen in der Raumluft 20 [Dr]
Hunter, G., Colorimetrische Mikrobestimmung von Magnesium in Gegenwart von Calcium 137
Husung, E. Bestimmung der Feuchtigkeit und der Aufmachungseinheiten von Reifen-Reyon 159

I-Djen Ho, siehe Ho, I-Djen
Ikeda, N., siehe Kimura, K.
Imai, T., und Seto, K. Bestimmung von Kobaltspuren mit Hilfe von Aluminiumhydroxyd als Sammler 368
Inarida, M., siehe Kimura, K.
Ingamells, C. O., und Bradshaw, W. S. Schnellbestimmung von Mangan in Ferromangan und wolframhaltigen Werkzeugstählen 382
Iorga, N., siehe Ralea, R.
Iritani, N., und Tanaka, T., Komplexometrische Sulfatbestimmung 362
Isaac, R., siehe Bohon, R. L.
Ishibashi, M., und Fujinaga, T. Gestalt und Abhängigkeit von Polarogrammen bei steigendem Stromfluß 128. — Siehe auch Funusaka, W.
Ivanjutin, M. I., siehe Busev, A. I.
Ivanov, V. S., siehe Stoljarov, K. P.
Iwasaki, I., Utsumi, S., Hagino, K., Tarutani, T., und Ozawa, T. Bestimmung geringer Sulfatmengen 149
Izadian, H., und Mergault, P., Bestimmung kleiner Mengen Wasserstoffperoxyd 450

Jänicke, S., siehe Presting, W.
Jakobson, L. G., siehe Alekseev, N. F.
Jankov, S. P. Empfindlichkeitssteigerung chromatographischer Bestimmungen 123
Jankovits, L., und Erdey, L. Komplexometrische Titration von Calcium unter Anwendung von Eriochromrot B als Indicator 282
Janssen, F. W., Lund, A. J., und Anderson, L. E. Bestimmung von Dipicolinsäure in Bakteriensporen 239
Jaudon, E., siehe Boulin, R.
Jeffs, A. R., siehe Haslam, J.
Jencks, W. P., Jetton, M. R., und Durrum, E. L. Papierelektrophoretische Technik 224
Jenkins, J. L., siehe Barker, G. L.

Jentzsch, D., und Bergmann, G. Untersuchungen über die Beziehungen zwischen gaschromatographischen Retentionsverhältnissen und Dampfdruckverhältnissen. I. Aromatische Kohlenwasserstoffe 401 [Or]
Jetton, M. R., siehe Jencks, W. P.
Jílek, A., Vřešťál, J., und Havíř, J. Bestimmung kleiner Mengen Solen und Tellur in Stäuben der Bleiproduktion 64
Johnston, G. W., und Gibson, R. B. Eiweißbestimmungsmethoden 229
Johnston, R. S., Osgood, E. D., und Miller, R. R. Bestimmung von Calciumsuperoxyd-peroxyd-hydroxyd und -carbonat nebeneinander 451
Jones, L. C., siehe Burnham, H. D.
Jones, S. A., siehe Hensel, R. P.
Jongh, G. Colorimetrische Bestimmung von α-Amylase 157
Jouy, A. D., und Coursier, J. Trennung des Lithiums von Natrium 280
Ju-Hwa Chu, E., siehe Chu, T. C.
Juliard, A. L. Bestimmung kleiner Chloridmengen 151
Jung, Z. Bestimmung von Yohimbin 315
Jungnickel, J. L., siehe Polgar, A.
Jureček, M., Souček, M., Churáček, J., und Renger, F. Identifizierung der höheren n-Alkylgruppen in alicyclischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen durch Oxydation mit Chromsäure 109 [Or]

Kaliničenko, I. I. Komplexometrische Bestimmung von Nickel in Kupferlegierungen 53
Kalvoda, R. Oscillopolarographische Mikroanalysen von Metallionen 129
Kambara, T. Destillation von trägerfreiem Ruthenium 370
Kampman, J. W., siehe Dorhout Mees, E. J.
Kapitanov, Ju. T., siehe Serdjukova, A. S.
Karchmer, J. H. Bestimmung von Schwefelverbindungen in Petroleumnaphtha 385. — Siehe auch Rather, jr., J. B.
Karchmer, J. H., und Walker, M. T., Bestimmung organischer Disulfide im Erdöl 384
Kato, D., siehe Stewart, D. C.
Kaufman, J. J., siehe Sass, S.
Kaufmann, H. P. Bromometrische Bestimmung der Ungesättigtkeit 462
Kaufmann, H. P., Thieme, J. G., und Volbert, F. Nachweis von raffiniertem Schmalz in Verschnitten 153
Kauppila, K., siehe Erkama, J.
Kawanishi, H., siehe Kimura, K.
Kazanskij, B. A., Sterligov, O. D., Belenkaja, A. P., Kondratjeva, G. Ja., und Pavlova, P. S. Bromometrische Bestimmung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe in Gemischen von Isopetan-Isopren-Isoamylen 462
Keil, Th., siehe Ehrlich, P.
Keirstead, K. F., siehe Gagnon, P. E.
Kékedy, L., Mánok, F., und Albu, I., Polarographische Bestimmung von Bromionen 367
Kelley, E. G., siehe Wall, M. E.
Kelsey, H. S., siehe Feldman, D. H.
Kemeleva, N. G., siehe Songina, O. A.
Kempiński, O., Anwendung von Propangas zum Entlüften der Polarographie 442
Kennedy, J. H., und Lingane, J. J., Coulometrische Titration von Uran und Uran-Vanadiumgemisch 289
Kercher, M. L., siehe Free, A. H.
Kerekes, S., siehe Török, T.
Kerr, S. E., siehe Al-Khalidi, U.
Kertes, A. S. Papierchromatographische Untersuchung an 50 verschiedenen Spaltprodukten vorhandenen anorganischen Salzen 66
Keyte, H. J., siehe Gardiner, S. D.
Khalifa, H. Maßanalytische Bestimmung von binären Gemischen 138
Kiba, T., Akaza, I., und Sugishita, N. Bestimmung von Schwefel in Thiosulfaten, Sulfiten, Rhodaniden und sulfidischen Erzen 60
Kies, H. L. Theorie, Grundlagen und praktische Anwendung der Amperometrie mit zwei Indicatorelektroden 130
Kikodse, K., siehe Decker, P.
Kimball, R. B., siehe Booman, G. L.
Kimura, K., Ikeda, N., Inarida, M., und Kawanishi, H. Trennung von Sulfat und Tellurat 363
Kiričenko, E. A., siehe Krešков, A. P.
Kiseleva, L. V., siehe Busev, A. I.
Kita, H., siehe Funusaka, W.
Kitahara, S., siehe Hara, S.
Kleinschmidt, G. Nachweis von Morphin und Opium-Nebenalkaloiden in Mohnkapseln 314
Kleinstein, A., siehe Papafil, E.
Kline, O. L., siehe Bruening, C. F.
Kloke, A., siehe Scheffer, F.

Knížáková, E., und Körbl, J., Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 292
Koblin, A. Bestimmung von Sesquimustard in Anwesenheit von Mustard 463
Koch, O. G. Spurenanalyse von Reinstaluminium und Aluminiumverbindungen 54. — Spurenanreicherung und Analyse von Titan und Titanverbindungen 55
Koch, O. G., und Dedic, G. A. Spektrochemische Spurenanalyse von Textilfaseraschen 157
König, K. H., siehe Berg, H.
Koenig, N. H., siehe Susi, H.
Körbl, J., und Přibil, R. Empfindlichkeit von Indicatoren und Titrationsfehler in der Chelatometrie 447. — Siehe auch Knížáková, E.
Körös, E., siehe Přibil, R.
Kojima, T., siehe Funusaka, W.
Kolpakova, I. D., siehe Lastovskij, R. P.
Kolšek, J. Untersuchung von Acilanfarbstoffen 220
Kolthoff, I. M., und Kuroda, P. K. Amperometrische Titrationen 67
Kolthoff, I. M., und Okinaka, Y. Polarographische Arbeiten an rotierenden Quecksilbertropfelektroden 128
Kolthoff, I. M., Okinaka, Y., und Fujinaga, T. Untersuchung mit der rotierenden Queksilbertropfelektrode in Mischungen elektroaktiver Substanzen 128. — Siehe auch Laitinen, H. A.
Kondratjeva, G. Ja., siehe Kazanskij, B. A.
Kondritzer, A. A., siehe Ellin, R. I.
Koppeschaar, W. F. Bestimmung von β-Naphtholsulfonsäure 45
Korkisch, J., und Farag, A. Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. I. Solochrome Violett R als Indicator zur Mikro- und Makrotitration des Zirkoniums mittels ÄDTA 6 [Or]
Kovács, M., siehe Török, T.
Kozlovskij, M. T., siehe Songina, O. A.
Kráčmar, J., Blažek, J., und Stejskal, Z. Polarometrische (amperometrische) Bestimmung einiger Antihistaminica und Spasmolytica 391
Kreimer, S. Je., Tužilina, N. V., Golovina, V. A., und Tjabina, R. A. Bestimmung von Kobalt und Cadmium in Nickel hoher Reinheit 58
Krejzová, E., Simon, V., und Zýka, J. Bestimmung von dreiwertigem Thallium mit Hydrochinonlösung 290. — Bestimmung höherer Mangan- und Bleioxyde 291
Krempl, H., und Bertram, F. Bestimmung von Phosphor im Stahl 57
Křepinský, J. Polarographisches Verhalten von Papaveraldin 311
Kreškov, A. P., Michailenko, Ju. Ja., und Kiričenko, E. A. Analyse hochmolekularer Silico-organischer Verbindungen 461
Kreškov, A. P., Michailenko, Ju. Ja., und Smirenkina, I. P. Bestimmung von α- und β-Chlornaphthalin sowie Naphthalin 375
Kresnjakova, Z. V., siehe Maljugina, N. I.
Kromrey, W. Quantitative Sedimentationsanalyse 132, 444
Kudrnáč, S., siehe Holubek, J.
Kuhn, M. Analyse von Kupferlegierungen, z. B. von Bronzen 51
Kuhnhenn, W., siehe Rosenmund, K. W.
Kulaev, F. N. Verwendung der Fällungschromatographie zur Analyse anorganischer Kationen 441. — Siehe auch Varichev, D. A.
Kunkel, H. G., und Tiselius, A. Papierelektrophoretische Technik 224
Kunz, H., siehe Schuhknecht, W.
Kuraš, M., siehe Spacu, C.
Kuroda, P. K., siehe Kolthoff, I. M.
Kurtz, jr., S. S., siehe Rather, jr., J. B.
Kuznecov, V. I., Farbreaktion von Uran mit Arsenazo 454

Lach, J. L., Bhansali, K., und Blaug, S. M. Trennung von Diphenylhydantoin und Phenobarbital 392
Laitinen, H. A., und Ferguson, W. S. Chronopotentiometrische Messungen im Schmelzfluß 125
Laitinen, H. A., und Gaur, H. C. Chronopotentiometrische Messungen im Schmelzfluß 125
Laitinen, H. A., und Kolthoff, I. M. Amperometrische Titrationen 67
Landi, M. F., siehe Braicovich, L.
Lange, J., siehe Fleury, P. F.
Lapière, C., siehe Stainier, C.
Lassner, E., Scharf, R., und Pöschel, R. Über die Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen. III. Bestimmung

von Wolfram und Molybdän in zusammengesetzten Proben (Bleilösunsung-PAR-Verfahren) 29 [Or]
Lassner, E., Scharf, R., und Reiser, P. L. Zur komplexometrischen Bestimmung von Kupfer, Nickel und Eisen in Wolframlegierungen 88 [Or]
Lastovskj, R. P., Vainštein, Ju. I., Djatlova, N. M., und Kolpakova, I. D. Neue Komplexone 446
Laszlovsky, J. Bromatometrische Bestimmung einiger β-Naphtholsulfonsäuren 45
Lavrent'eva, N. N., siehe Alekseev, N. F.
Ledbury, W., und Taylor, R., Bestimmung von Formaldehydbisulfit und Formaldehydsulfoxylat 371
Lederer, M. Papierelektrophoretische Trennung Seltener Erden 451
Lee, J. K., und Adams, R. N. Coulometrische Titration von Arsen 361. — Siehe auch Hindin, S. G.
Lee, L. A., siehe Resnik, F. E.
Légrádi, L., und Füsti Molnár, S. Bestimmung von Sulfat bei Betriebsanalysen 150
Leibnitz, E., Schmidt, W., und Gundermann, E. Chromatographische Zerlegung von Braunkohlenteer 213
Leonhard, M. A., siehe Belcher, R.
Levine, V. E., und Taterka, M. Bestimmung von Ketonkörpern im Blut und Urin 225
Lewis, R. J., und Seay, W. A. Bestimmung von radioaktivem Phosphor in Pflanzenmaterial 216
Li, Shih-Cho, siehe Ho, I-Djen
Liébecq, C., Hunebelle, G., und Louis, M. Trennung von anorganischem Phosphat und Adenosinphosphaten 79
Lindemann, E., siehe Wurziger, J.
Lindenberg, A. B., siehe Massin, M.
Lingane, J. J., siehe Davis, D. G. sowie Kennedy, J. H.
Liteanu, C., Medeanu, V., und Cosma, M. Bestimmung von Hypochlorit, Chlorid und Chlorat nebeneinander 460
Livingston, E. M., Bestimmung kleinster Mengen von D-Fructose 43
Livingston, E. M., Maurmeyer, R. K., und Worthman, A. Colorimetrisches Mikroverfahren zur Bestimmung von D-Fructose 43
Lodge jr., J. P., siehe Tufts, B. J.
Lomakina, L. N., Tarasovič, N. I., und Agasjan, P. K. Bestimmung von Silber mit Brombenztriazol 136
Lott, P. F., und Cheng, K. L. Urtitersubstanzen zur Einstellung von ÄDTA-Lösungen 131
Louis, M., siehe Liébecq, C.
Lounamaa, K. Spektralanalyse von Silicatgesteinen 59
Loveland, J. W., siehe Cali, L. J.
Lubochinsky, B., und Zalta, J.-P. Bestimmung von Ammoniak 68
Ludeman, H. A., Balog, J. A., und Sherrill, J. C. Messung der Waschaktivität von Alkylbenzolsulfonaten 223
Lüdering, H. Coulometrisch-potentiostatische Analyse im Milligrammbereich 127
Luft, A. M., siehe Roboz, E.
Lugg, J. W. H., siehe Vella, F.
Luke, C. L. Bestimmung kleinster Chromgehalte in Elektronen-Nickel 302
Lund, A. J., siehe Janssen, F. W.
Lurje, Ju. Ju., und Zaglodina, T. V. Bestimmung von Antimon in Blei von hohem Reinheitsgrad 298
Lupant-André, F. Nachweis von Kalium 450. — Bestimmung von Quecksilber in Urin 72

McCurdy jr., W. H., siehe Smith, G. F.
MacDonald, R. P., und Ploompuu, J. Bestimmung von Sulfonamiden im Blutserum 236
McFadden, W. H., Gaschromatographische Trennung von Mono- und Dibromalkanen 120
McFadyen, D. A., Watkins, H. D., und Anderson, P. R. Bestimmung von Mannit 233
Machida, H., siehe Aihara, T.
McIntyre, A. R., siehe Oriswold, B. L.
McKaveney, J. P., und Freiser, H. Bestimmung von Vanadium in Legierungen 299
McKennis jr., H., Weatherby, J. H., und Dellis, E. P. Bestimmung von Hydrazin und seinen Derivaten 457
Mackenzie, A. J., und Dean, L. A. Bestimmung von radioaktivem Phosphor 216
MacLagan, N. F., siehe Bowden, C. H.
Macovei, V., siehe Papafil, E.
Mader, W. J., und Frediani, H. A. Bestimmung von Arzneimitteln 304
Mahon, J. H., siehe Anglin, C.
Maier, R. H. Spektralphotometrische Bestimmung von Zink mit „Zincon" 283

Majumdar, A. K., und Bag, S. P. Quinolinic Acid as a Reagent for the Gravimetric and Volumetric Estimation of Palladium 247 [Or]
Majumdar, A. K., und Chakrabartty, M. M. Bismuthiol I as an Analytical Reagent Estimation of Bismuth and Palladium 100 [Or]
Majumdar, A. K., und Singh, B. R. Papierelektrophoretische Trennung der Kupfer- und Zinngruppe 123
Maki, M. Papierelektrophoretische Trennung und quantitative Bestimmung Seltener Erden in Monazitsand 58
Malenskaja, V. P., siehe Šejanova, R. F.
Maljugina, N. I., und Kresnjakova, Z. V. Polarographische Bestimmung von Äthylquecksilber(II)-chlorid 219
Malkus, Z. Bestimmung von Zinn in Obst- und Gemüsekonserven 154
Mamiya, M., siehe Mutto, G.
Mandel'berg, I. R., siehe Zarinski, V. A.
Manegold, E., und Peters, F. Apparatur zur Bestimmung ungesättigter funktioneller Gruppen 39
Mánok, F., siehe Kékedy, L.
Marcinkiewicz, S., siehe Green, J.
Marcus, A. D., siehe Taraszka, A. J.
Marczenko, Z. Trennung von Kupfer(II) und Eisen(III) 135
Marini-Bettólo, G. B., und Frugoni, J. A. C. Curarealkaloide, papierelektrophoretische Analyse 313
Marino, J., siehe Seligson, D.
Markwardt, F. Bestimmung des Prothrombingehaltes von Frischblut durch Titration mit Hirudin 238
Maros, L. Bestimmung von Formaldehydbisulfit und Formaldehydsulfoxylat 371
Martens, R. I., und Githens sen., R. E. Bestimmung von Kupfer in verschiedenen Produkten 220
Martin, A. J. Potentiometrische Bestimmung von Chlorid, Bromid und Jodid in Gemischen 151
Martin, J. J., siehe Sass, S.
Martin, R. W. Bestimmung von Acenaphthylen 44
Martin, S. M. Quantitative Bestimmung von Monosacchariden auf Papierchromatogrammen 42
Marzys, A. E. O. Bestimmung von Tantal in Niob 300
Mašek, J. Amperometrische Bestimmung von Thorium in Beryllon II 286
Masse, Bestimmung von Betain, Piperazin in Gegenwart von Hexamethylentetramin sowie von Strychnal neben Vitamin B_1 als Reineckate 393
Massin, M., und Lindenberg, A. B. Mikrobestimmung von Tyrosin mit α-Nitroso-β-naphthol 41
Masui, M., und Fujioka, S. Nachweis von N-Alkylhydroxylaminen 41
Mathers, A. P., siehe Nelson, R. A.
Matocha, C. K., siehe Tingle, W. H.
Matvejev, L. O., siehe Mustafin, I. S.
Matzke, J. R., siehe Sorensen, L. M.
Maurice, M. J., und Heynis, J. W. Y. Bestimmung von Schwefel in Reyongarn 159
Maurmeyer, R. K., siehe Livingston, E. M.
Meckenstock, K.-U., siehe Umland, F.
Medeanu, V., siehe Liteanu, C.
Medek, J., und Valeška, F. Spektrochemische Bestimmung von Caesium und Rubidium 281
Mehltretter, C. L., siehe Wise, C. S.
Meinhardt, G., siehe Hessler, W.
Meites, L. Coulometrische Bestimmung von Chrom 364. — Siehe auch Meites, T.
Meites, S. Chromatographische Trennung und Isolierung organischer Säuren in Urin 225
Meites, T., und Meites, L. Coulometrische Bestimmungen 127
Mercier, D., siehe Dietrich, P.
Mergault, P., siehe Izadian, H.
Mertens, E., siehe Wachsmuth, H.
Mesimer, W. J., siehe Miles, M. J.
Mesnard, P., und Bertucat, M. Bestimmung von Alkoholen und Phenolen 40
Meulenhoff, J. Titration von Sulfonamiden mit Perchlorsäure 394
Meyer, H., siehe Herzig, J.
Michailenko, Ju. Ja., siehe Kreškov, A. P.
Micheel, F. Papierchromatographische Trennung hydrophober Substanzen 122
Michel, J. Papierchromatographische Bestimmung von Purinen 47
Michl, H. Entwicklung der Hochvoltelektrophorese 125
Mico, E., siehe Costache, C.
Miles, M. J., Mesimer, W. J., und Atkin, M. Schnellbestimmung von Magnesium in Titan 378
Miller, J. W., und deFord, D. D. Coulometrische Bestimmung ungesättigter funktioneller Gruppen 39

Miller, R. R., siehe Johnston, R. S.
Millikan, R. A., siehe Bowen, I. S.
Milner, O. I., siehe Shipman, G. F.
Minczewski, J. Nachweis und Identifizierung von β-Naphthoxyessigsäure 318
Miss, A., und Segal, F. Beiträge zur Ringpapierchromatographie 1 [Or]
Modreanu, F., Fişel, S., und Carpov, A. Papierchromatographische Bestimmung von Ammonium-, Kalium-, Rubidium-, Caesium-, und Thalliumionen als Pikrate 146
Mohr, E. Bestimmung von Antimon in Kupferlegierungen 294
Moiseeva, G. P., siehe Ždanov, A. K.
van der Molen, H. J., siehe Cosijn, A. H. M.
Molnár, L., und Molnárová, K. Oscillopolarographische Charakterisierung von Veratrum-Alkaloiden 312. — Siehe auch Szekeres, L. M.
Molnárová, K., siehe Molnár, L.
Mondovi, B., siehe Cavallini, D.
Monfeuga, S. Störungen bei der Bestimmung des Tritiumgehaltes organischer Substanzen 291
Monnet, R., Sabon, F., Viala, A., und Grignon, H. Papierchromatographische Trennung organischer und anorganischer, in Form ihrer Calciumsalze vorliegender Säuren 372
de Montleau, Ph., und Delmas, J. Mikrobestimmung von Stickstoff in Blättern 215
Moračevskij, Ju. V., und Sacharov, A. A. Polarographische Bestimmung von Uran neben Eisen und Vanadium 289
Moreton-Smith, M., siehe Clayton, R. F. sowie Hardwick, W. H.
Morgan, W. T. J., siehe Elson, L. A.
Morrison, G. H., und Cosgrove, J. F. Bestimmung von ^{235}Uran in angereichertem Uran 142
Mortimer, D. C. Trennung von Phosphorsäureestern durch Ionenaustausch 75
Moser, J. H., siehe Anderson, F. W.
Mott, R. A., Ruell, D. A., und Wilkinson, H. C. Bestimmung von Schwefel in Kohle und Koks 212
Mott, R. A., und Wilkinson, H. C. Schwefelbestimmung in Kohle und Koks 212
Moussebois, C., und Duyckaerts, G. Gaschromatograph 119
Müller, K., siehe Eisenkolb, F. sowie Scheffer, F.
Müller, M., siehe Diemair, W.
Muhs, M. A., und Weiss, F. T. Bestimmung von Pyrrol, Indol und ihren Homologen in Petroleumdestillaten 387
Mukaewaki, K. Bestimmung von Nitrat und Nitrit in Fluorwasserstoffeisenbeize 65
Mukherji, A. K., und Dey, A. K. Komplexbildung zwischen Aluminon und Kupfer 134
Mullen, J. D. Bestimmung des γ-Isomeren in hexacyclohexanhaltigen Insecticid-Bädern 222
Murphy, J. B., siehe Roboz, E.
Murphy, J. E., und Schwemer, W. C. IR-Spektren der emulgierten Bestandteile in Emulgatoren in wäßrigen Poliermitteln 223
Murthy, T. K. S., siehe Desai, M. W.
Mustafin, I. S., und Matvejev, L. O. Bestimmung von verschiedenen Metallen mit Chromoxan-Reinblau V 53. — Colorimetrische Bestimmung von Beryllium in Gesteinen, Mineralen und Legierungen 61
Mutto, G., und Mamiya, M. Bestimmung von Praseodym, Neodym und Samarium in Lanthanoxalat 286

Nagy, Z., und Almássy, Gy. Gerät zur Extraktion von Uran mit Äther 140. — Siehe auch Almássy, Gy.
Naumann, K. Änderung und Ergänzung von „Verbandsmethoden" zur Futtermitteluntersuchung 220
Nazarenko, V. A., siehe Vinkoveckaja, S. Ja.
Neeb, K.-H., siehe Geilmann, W.
Negelein, E., siehe Graetz, H.
Negoiu, D., siehe Popa, G.
Neher, R., und Wettstein, A. Bestimmung von Triterpensäuren 46
Nelson, R. A., Pro, M. J., und Mathers, A. P. Bestimmung von Alkohol in Whisky 153
Nemitz, G. Apparatur zur Wasserbestimmung nach Karl Fischer 130
Neu, R. Alkalispaltung der Hydroxyphenylbenzo-γ-pyronderivate als mikrochemische Arbeitsmethode 45
Neuss, J. D., siehe Bruening, C. F.
Newbold, B. T., siehe Gagnon, P. E.
Nicholls, G. D., siehe Rushton, B. J.
Nikolajeva, A. P., siehe Solovejčik, L. S.
Nikonova, M. P., siehe Poluektov, N. S.

Nistor, E., siehe Costache, C.
Noddack, I., siehe Noddack, W.
Noddack, W., und Noddack, I. Nachweis von Schwefelspuren 362
Noller, C. R., Smith, R. A., Harris, H. G., und Walker, J. W. Bestimmung von Triterpensäuren 46
Nõmmik, H. Bestimmung des Nitratstickstoffes in Pflanzen 215
Nordling, W. D., Bestimmung von Cadmium 283
Norwitz, G., und Codell, M. Bestimmung einiger Stoffe in Titanlegierungen 379
Novák, M., siehe Holubek, J.
Novikov, R. N., siehe Vasil'ev, V. V.
Numeroff, P., siehe Bruening, C. F.
Nutten, A. J., siehe Belcher, R.

Obrenović, I. D., siehe Dizdar, Z. I.
Obtemperanskaja, S. I., siehe Terent'ev, A. P.
Oehme, F. Anwendung der Hochfrequenzmeßtechnik in der analytischen Chemie 131
Okimasu, S. Bestimmung von Pektin in Pflanzen 217. — Siehe auch Senju, R.
Okinaka, Y., siehe Kolthoff, I. M.
Oleznjuk, V. A., siehe Elinson, L. V.
Olšanova, K. M., und Čmutov, K. V. Chromatographische Trennungen in der qualitativen Analyse 439
Ono, K., siehe Fredrickson, D. S.
Onufrienok, I. P., und Aksenenko, V. M. Bestimmung von Tellur 459
Ordelman, J. E., siehe Agterdenbos, J.
Ościk, J., siehe Waksmundszki, A.
Osgood, E. D., siehe Johnston, R. S.
Ozawa, T., siehe Iwasaki, I.

Page, I. H., siehe Corcoran, A. C.
Le Page, G. A. Chromatographische Technik 74
Pallansch, M. J., siehe Schwartz, D. P.
Pande, C. S., und Srivastava, T. S. Analytical Aspects of some Organic Acids. Part I. Gravimetric Estimation of Zirconium by o-Phenylenedioxydiacetic Acid 11 [Or]. — Analytical Aspects of some Organic Acids Part II Gravimetric Estimation of Zirconium by m-Phenylenedioxydiacetic Acid 343 [Or]
Papafil, E., Papafil, M., Kleinstein, A., und Macovei, V. Colorimetrische Kupferbestimmung 135
Papafil, E., Papafil, M., und Macovei, V. Reaktion von Kupfer mit Aminiden 134
Papafil, M., siehe Papafil, E.
Pappenhagen, J. M. Colorimetrische Bestimmung von Nitraten 146
Parker, A., siehe Booth, E.
Parker, W. E., siehe Susi, H.
Parrini, V., siehe Berlingozzi, S.
Partikian, D. G., siehe Cali, L. J.
Pasich, B. Bestimmung von Triterpensäuren auf Papierchromatogrammen 46
Patani, A., siehe Rochelmeyer, H.
Paul, J. Bestimmung der Hauptinhaltsstoffe in kleinen Mengen von Geweben 71
Paulsen, E. C., siehe Woods, K. R.
Pavlova, P. S., siehe Kazanskij, B. A.
Pavlovec, R., siehe Cimerman, Ch.
Peake, D. M., siehe Sutcliffe, G. R.
Pépin-Donat, C. Komplexometrische Titration von Zink in Messingproben 52
Pepperhoff, W. IR-Spektroskopische Bestimmung der Mineralbestandteile in Schlacken und feuerfesten Systemen 62
Pernarowski, M., und Chatten, L. G. Bestimmung von 4 quaternären Ammoniumbasen durch UV-Absorptionsspektren 305
Perrin, D. D. Bestimmung von Phylloerythrin in Blut 239
Persianceva, W. P., und Šneider, V. A. Bestimmung von Naphthalindisulfonsäure in Nickelelektrolyten 376
Pert, J. H., siehe Woods, K. R.
Pšter, F. Polarographische Untersuchung von Natriumdithionit 148
Peters, F., siehe Manegold, E.
Peters, T., und Giovanniello, T. J. Bestimmung von Eisen in Serum 76
Peterson, R. E., und Bollier, M. E. Bestimmung von Kupfer mit Biscyclohexanon-oxalyldihydrazon 80
Pfeifer, S. Mikrobestimmung der wichtigsten Mohnalkaloide 313
Pichler, H., und Schulz, H. Kontinuierliche Gaschromatographie zur Trennung von Gasen 439
Piehl, F. J., siehe Powers jr., G. W.
Pietrulla, W., siehe Hunold, G. A.
Pietsch, R. Ein Beitrag zur Aufarbeitung von Jodrückständen 429 [Or]. — Metallfällungen mit Mono- und Dimethylarsinsäure 132
Pilipenko, A. T., und Sereda, I. P. Anwendbarkeit des Selenharnstoffs in der analytischen Chemie 444

Pinguet. Bestimmung der Acetylgruppe in Arzneimitteln 304
Pinto, N., siehe Fischl, J.
Pirtea, D., und Baiulescu. Gh. Bestimmung von Blei 456
Pirtea, Th. I., und Constantinescu, V. Eine gewichtsanalytische Bestimmungsmethode für Beryllium in Gegenwart von anderen Elementen in Legierungen und Mineralien 183 [Or]. — Siehe auch Spacu, G.
Ploompuu, J., siehe MacDonald, R. P.
Pöhm, M. Mikrobestimmung von Tropaalkaloiden in pharmazeutischen Präparaten 310
Pohl, F. A. Vermeidung des Einschleppens von Verunreinigungen bei der Darstellung und Analyse hochreiner anorganischer Substanzen 448
van der Pol, E. W., siege Hadorn, H. J.
Polgar, A., und Jungnickel, J. L. Bestimmung der Ungesättigtkeit 462
Polley, E. W., siehe Flickinger, L. C.
Poluektov, N. S., Nikonova, M. P., und Vitkun, R. A. Bestimmung von Natrium und Kalium in Mineralien 206
Popa, G., Negoiu, D., und Baiulescu, Gh. Colorimetrische Bestimmung des Tantals in Gegenwart von Niob 16 [Or]
Porath, J., siehe Gedin, H. I.
Posgay, E., siehe Bayer, I.
Powell, W. A., siehe Resnik, F. E.
Powers jr., G. W., und Piehl, F. J. Chromatographische Analyse von seifenverdickten Schmierfetten 388
Powers, R. M., Day jr., R. A., und Underwood, A. L. Maßanalytische Bestimmung von Aluminium und Magnesium in Form der Oxinate 138
Pratt, E. L. Spektrophotometrische Titrationsmethoden vom Procain, Propoxycain und Tetracain 391
Presting, W., und Jänicke, S. Nachweis polycyclischer Aromaten in Kohlenwasserstoff-Wachsen 385
Přibil, R., und Körös, E. Bestimmung von Thorium in Xylenolorange als Indicator 287. — Siehe auch Körbl, J.
Price, H. L., und Price, M. L. Bestimmung von Epinephrin und Norepinephrin im Plasma von Menschen- und Hundeblut 234
Price, M. L., siehe Price, H. L.
Pro, M. J., siehe Nelson, R. A.
Průša, J., und Skokan, E. Chrombestimmung in Erzen und Zwischenprodukten 209
Przybylowicz, E. P., und Rogers, L. B. Coulometrische Titration kleiner Mengen Cyanid 144
Pučar, Z. Starkstrompapierelektrophorese von Halogenkomplexen verschiedener Metalle 125
Püschel, R., siehe Lassner, E.

Quin, L. D., Wilder jr., P., und Hobbs, M. E. Zusammensetzung nicht identifizierter Säurefraktionen in dampfflüchtigen Säuren aus Zigarettenrauch 219

Rada, K. Unterscheidung verschiedener Arten von Fingerhutblättern 306
Raffay, G., siehe Schaller, A.
Ralea, R., und Iorga, N. Colorimetrische Mikrobestimmung von Kobalt und Kupfer 152
Randin, M., siehe Brunisholz, G.
Rao, G. Gopala, und Somidevamma, G. Volumetric Determination of Iron(III) with Hydroxylamine as a Reducing Agent 432 [Or]. — Siehe auch Sanke Gowda, H.
Rao, K. Bhaskara. Dichrometric Determination of Thallium(I) 193 (Or].— Determination of Trivalent Antimony; Use of Iodine Monochloride Catalyst 195 [Or]
Raspi, G., siehe Cozzi, D.
Rather, jr., J. B., Grant, J. A., Gunther, V. H., Headington, C. E., Karchmer, J. H., Kurtz, jr., S. S., Rescorla, A. R., Roberts, F. M., Stephenson, A. J., Troeller, jr., W. J., und Tucker, E. B. Verschiedene Methoden der Ölbestimmung in Raffinerieabwässern 50
Redeker, A. G., siehe Sterling, R. E.
Rees, W. R., und Reynolds, T. Papierchromatographische Trennung von Glucose und Sorbit 43
Reichelt, J. Zusatz von Ammoniumformiat zu Formamid bei der papierchromatographischen Entwicklung von Alkaloiden 308
Reichelt, J., und Šaršúnová, M. Papierchromatographische Indentifizierung galenischer Präparate aus alkaloidhaltigen Drogen 308
Reid, A. F. Bestimmung von Perjodat 367
Rein, J. E., siehe Booman, G. L.
Reiser, P. L., siehe Lassner, E.

Renger, F., siehe Jurečeк, M.
Rescorla, A. R., siehe Rather, jr., J. B.
Resnik, F. E., Lee, L. A., und Powell, W. A. Untersuchung von Zigarettenrauch 219
Reviglio, M., siehe Segre, A.
Reynolds, G. F., und Davis, H. M. Kathodenstrahlpolarograph 295
Reynolds, G. F., und Shalgosky, H. I. Mikrocoulometrie 127. — Bestimmung von Indium in Zinklegierungen 295
Reynolds, T., siehe Rees, W. R.
Richterich, R. Bestimmung von Barbitursäurederivaten in Körperflüssigkeiten 227
Riemschneider, R., und Hilscher, J.-C. Zur Chemie von Polyhalocyclopentadiënen und verwandten Verbindungen. XIV. Mitteilung. Über die quantitative Bestimmung von Thiodan 278 [Or]
Rijckewaert, J., siehe Hamburger, J.
Riley, J. P. Simultanbestimmung von Kohlendioxyd und Wasser in Mineralien und Gesteinen 59. — Siehe auch Culkin, F.
Ring, Ch. E., siehe Fischer, R. B.
Rittner, W., siehe Ziegler, M.
Rjabčikov, D. I., und Borisova, L. V. Trennung von Molybdän und Rhenium 364
Roberts, F. M., siehe Rather, jr., J. B.
Robey, R. F., und H. K. Wiese. Bestimmung der Ungesättigtheit organischer Verbindungen 462
Roboz, E., Apostol, R. R., Luft, A. M., und Hess, W. C. Isolierung der Glykoproteine und Mucoproteine aus Cerebrospinalliquor zur Bestimmung ihrer Kohlenhydratkomponenten 231
Roboz, E., Murphy, J. B., Hess, W. C., und Forster, F. M. Untersuchung von Cerebrospinalliquor 232
Robson, J., siehe Banks, J.
Rochelmeyer, H., Stahl, E., und Patani, A. Trennung der hydrierten Mutterkornalkaloide 316
Rogers, L. B., siehe Przybylowicz, E. P.
Roland, jr., J. F., und Gross, A. M. Trennung von Aminosäuren und ihren Derivaten 229
Rooney, R. C. Bestimmung von Spuren Blei und Wismut in Gußeisen 380
Rosen, M. J. Trennung nichtionogener von anionischen oberflächenaktiven Stoffen durch Ionenaustausch 223
Rosenblatt, D. H., siehe Ellin, R. I.
Rosenmund, K. W., und Kuhnhenn, W. Jodzahl 462
Roth, E., siehe Gal, E. M.
Ruell, D. A., siehe Mott, R. A.
Rüssmann, H.-H., siehe Hegemann, F.
du Ruisseau, J.-P. Geräte zur Aufgabe von Proben auf Papierstreifen 122
Rush, R. M., und Yoe, J. H. Bestimmung von Zink mit Zincon 283
Rushton, B. J., und Nicholls, G. D. Spektrographische Bestimmung verschiedener Metalle in Silicaten 59
Rutherford, H. A., siehe Teszler, O.

Sabon, F., siehe Monnet, R.
Sacharov, A. A., siehe Moračevskij, Ju. V.
Šafařík, L. Bestimmung von Nemural Hoechst 397
Sahli, M. Papierelektrophoretische Trennung von Rescinnamin, Reserpin, Reserpsäure und Serpentin 317
Saint, H. C. J. Mikrobestimmung von Blei in Kupferlegierungen 293
Sakaguchi, T., und Taguchi, K. Bestimmung von Tetracyclin 398
Sakaguchi, T., Taguchi, K., und Suzuki, A. Bestimmung von Tetracyclinen 397
Šanda, V. Bestimmung von L-Ascorbinsäure 205
Sandri, G. Bromthalliumsäure als Fällungsreagens für organische Basen 317. — Nachweis von Alkaloiden und organischen Basen 317
Sanke Gowda, H., und Rao, G. Gopala, Vanadametry. Assay of Isonicotinic Acid Hydracide 36 [Or]
Sano, H. Colorimetrische Bestimmung von Titan mit 2,2,7-Trihydroxy-9-phenylfluoron 456
Sarkadi, J. Bestimmung des organischen Kohlenstoffgehaltes in Böden und Humusextrakten 211
Šaršúnová, M., siehe Reichelt, J.
Saslaw, L. D., siehe Waravdekar, V. S.
Sass, S., Kaufmann, J. J., Cardenas, A. A., und Martin, J. J. Bestimmung von tertiären und quarternären Aminen 462
Sato, K., siehe Aihara, T.
Saxena, G., und Seshadri, T. R. Fällung von Thorium mit 1-Hydroxy-3-methoxyxanthon 452
Saxena, R. S., und Bhatnagar, C. S. Potentiometric Studies on Bismuth Ferrocyanide and the Determination of Bismuth 95 [Or]

Scardi, V., und Bonavita, V. Bestimmung von Isoniazid in Blutserum, Plasma und Cerebrospinalflüssigkeit 240
Ščerbakov, V. G., und Vejcman, R. M. Aufschluß und Analyse von technischem Chromoxyd 65
Schaad, E., siehe Urech, P.
Schaller, A., und Raffay, G. n-Bromsuccinimid-Methode zur Bestimmung von Vitamin C 156
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Scheffer, F., Kloke, A., und Wittkopff, G. Bestimmung der pflanzenwirksamen Phosphorsäure in Rohphosphaten 69
Scheffer, F., Welte, E., und Müller, K. Zur Methodik der papierchromatographischen Bestimmung von Mono- und Oligosacchariden in grünen Pflanzen und Früchten 321 [Or]
Scheunemann, B. Formoltitration nach Soerensen 228
Schilling, G. Bestimmung des isotopisch verdünnbaren Calciums im Boden 210
Schlemmer, F. Analyse mutterkornhaltiger Zubereitungen 316
Schloss, F. Bestimmung des Säure-Basen-Haushaltes im Blut 224
Schmidt, W., siehe Leibnitz, E.
Schöber, G., siehe Gutmann, V.
Schön, H., und Bucke, B. Bestimmung von Glucose in Blut 232
Schonberg, S. S., siehe Bricker, C. E.
Schuhknecht, W., und Kunz, H. Bestimmung von Schwefel in Kohle und Koks 213
Schulz, H., siehe Pichler, H.
Schulz, M. E., und Hetzel, H. F. Einsatzmöglichkeiten der Spektralphotometrie bei der Untersuchung von Milchprodukten 155
Schuurmans, E., und Steiner, A. A. Colorimetrische Bestimmung von Kupfer in Nährlösungen, Pflanzenmaterial und Nährböden 220
Schwab, M. Grundlagen der Blut-p_H-Messung 70
Schwartz, D. P., und Pallansch, M. J. Nachweis stickstoffhaltiger, biologisch wichtiger Verbindungen 77
Schwemer, W. C., siehe Murphy, J. E.
Schweyer, H. E. Absorption von einigen Asphaltmaterialien im ultravioletten infraroten Spektralbereich 383. — Siehe auch Traxler, R. N.
Schwimmer, E. Mikrochemischer Nachweis von Eisen(III)-ionen 367
Seay, W. A., siehe Lewis, R. J.
Segal, F., siehe Miss, A.
Segre, A., Ciriello, C., und Reviglio, M. Bestimmung von Thiamin und seiner Phosphorsäureester 203
Seidl, K., und Beránek, M. Lösungsmittel zur Extraktion von Uran bei der U-Th-Trennung 288
Šejanova, F. R., und Malenskaja, V. P. Nachweis und colorimetrische Bestimmung von Aluminium 53
Seligson, D., Marino, J., und Dodson, E. Bestimmung von Sulfobromphthalein in Serum 235
Semenov, N. N. Bogenlampe zur Emmissionspektralanalyse von Pulvern 436
Šemjakin, F. M. Trennung anorganischer Kationen 441
Senju, R., und Okimasu, S. Bestimmung von Pektin 217
Serdjukova, A. S., und Kapitanov, Ju. T. Radiometrische Bestimmung von Uran, Thorium, Radium und Kalium 209
Sereda, I. P., siehe Pilipenko, A. T.
Seshadri, T. R., siehe Saxena, G.
Sethna, S., und Tsao, M. U. Brauchbarkeit von verschiedenen Methoden der Eiweißbestimmung 229
Seto, K., siehe Imai, T.
Shalgosky, H. I., siehe Reynolds, G. F.
Sharma, S. S., siehe Verma, M. R.
Shaw, D. M. Bestimmung von Barium in Silicaten 59
Sherrill, J. C., siehe Ludeman, H. A.
Shigley, J. W., siehe Smith, E. C.
Shih-Cho, Li, siehe Ho, I-Djen
Shipman, G. F., und Milner, O. I. Arsenbestimmung in Aluminiumoxyd-Platin-Katalysatoren für das Benzin-Reforming-Verfahren 211
Siddhanta, S. K., und Banerjee, S. N. Gewichtsanalytische Bestimmung von Silber 136
Siliprandi, D., und Siliprandi, N. Papierelektrophorese von Thiaminestern 203
Siliprandi, N., siehe Siliprandi, D.
Silverman, L., und Bradshaw, W. Bestimmung des nicht gebundenen Sauerstoffs in Zirkoniummetall 299
Simon, V., siehe Krejzová, E.
Simonyi, I., siehe Tokár, G.
Singh, B., und Singh, S. Natriumhypochloridlösung als oxydierende Maßflüssigkeit 445
Singh, B. R., siehe Majumdar, A. K.

Singh, E. J., und Dey, A. K. Chromatographic Study of Anionic Complexes. Part II. Metal Tartrate Complexes 81 [Or]. — Chromatographic Study of Anionic Complexes. Part III. Metal Citrate Complexes 179 [Or]
Singh, S., siehe Singh, B.
Skokan, E., siehe Průša, J.
Slater, E. C., siehe Bouman, J.
Smirenkina, I. P., siehe Kreškov, A. P.
Smith, E. C., Althouse, P. M., und Shigley, J. W. Erkennung von Trifluoracetylaminosäuren neben freien Aminosäuren 229
Smith, G. F., und Banick, W. M. Bestimmung von Eisen(II) und Kobalt(II) mit 2,6-Bis-(4-äthyl-2-pyridyl)-4-phenylpyridin 368
Smith, G. F., McCurdy, jr., W. H., und Diehl, H. Bathophenanthrolin als Indicator 55
Smith, R. A., siehe Noller, C. R.
Smythe, L. E., und de Bruin, H. J. Bestimmung von Sauerstoff in Natriummetall 293
Šneider, V. A., siehe Persianceva, W. P.
Solomon, A. K., und Caton, D. C. Registriercolorimeter für mikrochemische Bestimmungen 133
Solovejčik, L. S., und Nikolajeva, A. P. Bestimmung von Acenaphthylen im Gemisch mit Acenaphthen 44
Somidevamma, G., siehe Rao, G. Gopala
Songina, O. A. Entwicklung von amperometrischen Titrationsverfahren 130. — Amperometrische Titration von Chlorionen in Kupfer- und Zinksulfatlösungen 67
Songina, O. A., Kemeleva, N. G., und Kozlovskij, M. T. Coulometrische Bestimmung von Eisen mit elektrolytisch erzeugtem Permanganat 152
Sorensen, L. M., und Matzke, J. R. Beständige β-Naphthollösung für die fluorimetrische Bestimmung von Äpfelsäure 42
Sorgenfrey, C. H., siehe Thies, H.
Souček, M., siehe Jurečak, M.
Spacu, G., und Kuraš, M. Mercaptobenzthiazol als Reagens 453
Spacu, G., und Pirtea, Th. I. Verwendung von Mercaptobenzthiazol zur gravimetrischen Bestimmung von Thorium, Aluminium, Beryllium und Zink 453
Speece, B. F., siehe Werning, J. R.
Spinedi, P., und Gauzzi, F. Untersuchung eines Gemisches von Zinn und Zinnoxyden 64
Sporek, K. F. Bestimmung von Phosphat in Urankonzentraten und -lösungen 209
Spryskov, A. A., und Karavajev, B. J. Bestimmung von Naphthalin-2,6-disulfonsäure und Naphthalin-2,7-disulfonsäure nebeneinander 376
Šraibman, S. S. Bestimmung von aktivem Chlor in Hypochloritlösungen 67
Srivastava, T. S., siehe Pande, C. S.
Stahl, E., siehe Rochelmeyer, H.
Stainier, C., und Lapière, C. Bestimmung von Phenylsemicarbazid, Phenyldimethylpyrazolon, Dimethylamino-phenyldimethylpyrazolon, Coffein und Phenacetin 307
Stark, G. R., und Dawson, Ch. R. Spektrophotometrische Kupferbestimmung in Kupferoxydasen 80
Starobinec, G. L., und Bolšova, T. A. Bestimmung von n-Kohlenwasserstoffen in Paraffinen 385
Stefkó, B., siehe Gyenes, I.
Steiner, A. A., siehe Schuurmans, E.
Strejskal, Z., siehe Blažek, J., sowie Kráčmar, J.
Stephen, W. I., siehe Belcher, R.
Stephenson, A. J., siehe Rather jr., J. B.
Sterligov, O. D., siehe Kazanskij, B. A.
Sterling, R. E., und A. G. Redeker. Papierelektrophorese von Porphyrinen 399
Stevančević, D. B. Direct Spectrophotometric Determination of Microgram Quantities of Copper in High Purity Uranium with Oxaldihydrazide 348 [Or]
Stevens, H. M. Darstellung der Oxinkomplexe von Gold(III) und Titan(III) 281
Stewart, D. C., und Kato, D. Absorptionsspektren der Chloride Seltener Erden 139
Steyermark, A. Überblick über die Entwicklung der quantitativen organischen Mikroanalyse 38
Stockdale, D. Bestimmung von Phosphor nach der Molybdatmethode in basischen Schlacken und Stählen 382
Stohlmann, H., siehe Awe, A.
Stoldt, W. Bestimmung von Gesamtfett 220

Stoljarov, K. P., und Ivanov, V. S. Bestimmung von Crotonaldehyd 372
Stollé, R., und Bowles, P. E. Bestimmung von Thiocarbohydrazid 371
Stone, W. R., siehe Holness, H.
Straub, J., siehe Almássy, Gy.
Strekalova, O. S., siehe Toropova, V. F.
Stumpf, K. E., und Gonsior, Th. Beeinflussung von Natrium und Kalium bei der flammenphotometrischen Bestimmung 280
Subbarov, Y., siehe Fiske, C. H.
Suchý, K. Polarographische Bestimmung von Flavean- und Rubeanwasserstoff 374. — Siehe auch Buchar E.
Sugishita, N., siehe Kiba, T.
Šulga, S. Z. Spektrophotometrische Bestimmung von Benzol in höheren Fraktionen von Rohbenzol 214
Sulzberger, R., siehe Urech, P.
Susi, H., Koenig, N. H., Parker, W. E., und Swern, D. Bestimmung sulfidischer, sulfoxydischer und sulfonischer Gruppen in langkettigen Fettsäuren 373
Sutcliffe, G. R., und Peake, D. M. Schnellbestimmung von Nickel in Kupfer-Nickellegierungen 294
Suter, H., und Hadorn, H. Fettbestimmung in Mayonnaisen 155
Suzuki, A., siehe Sakaguchi, T.
Suzuoki-Ziro, Yoneda, M., und Hori, M. Chromatographische Trennung von Thiaminphosphaten an Ionenaustauschern 204
Swann, D. A., und Williams, D. A. Mikrobestimmung von Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff in Titan und anderen Metallen 379
Swern, D., siehe Susi, H.
Szabó, Z. (Z. G.), Beck, M. (M. T.), und Tóth, K. Colorimetrische Bestimmung von Fluorid 150, 365
Szekeres, L. Die Bestimmung der Bromat- und Perjodationen nebeneinander 32 [Or]
Szekeres, L., und Bakács-Polgár, E. Eine Schnellmethode zur Bestimmung von Alkalicarbonaten und Alkalihydrogencarbonaten nebeneinander 85 [Or]
Szekeres, L., Zergényi-Balázsfalvy, M. und Molnár. L. Bestimmung von Oxalat 374
Széll, T., siehe Almássy, Gy.
Taguchi, K., siehe Sakaguchi, T.
Tanabashi, M., siehe Ato, S.
Tanaka, T., siehe Iritani, N.
Tananaev, I. V., siehe Deičman, E. N.
Tănăsescu, siehe Costache, C.
Tarasovič, N. I., siehe Lomakina, L. N.
Taraszka, A. J., und Marcus, A. D. Bestimmung von Trasentinhydrochlorid in wäßriger Lösung 395
Tarutani, T., siehe Iwasaki, I.
Taterka, M., siehe Levine, V. E.
Tatwawadi, S. V., siehe Bapat, M. G.
Terayama, H. Bestimmung von Pektin in Pflanzen 217
Terent'ev, A. P., Obtemperanskaja, S. I., und Buzlanova, M. M. Bestimmung von Acrylsäurenitril 464
Terres, E. Identifizierung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen 386
Teszler, O., und Rutherford, H. A. Bestimmung von Spurenelementen in Fasermaterialien 157
Thang-Soo Wang, siehe Ho, I-Djen
The, T. P., Fleury, P., und Vink, C. L. J. Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure im Harn von Patienten mit Oligophrenia phenylpyruvica 227
Theodore, M. L. Bestimmung kleiner Mengen Tantal in Niob 300
Therattil, K. J., siehe Verma, M. R.
Thiel, H. Farbstoffnachweis in Backwaren 205
Thiele, O. W. Genauigkeit der Bestimmung von freiem Plasmal 226. — Bestimmung von freiem Plasmal neben Plasmalogen 226
Thiele, O. W., und Bergmann, H. Papierchromatographische Trennung von Plasmalogen und Plasmal 227
Thieme, J. G., siehe Kaufmann, H. P.
Thies, H., und Sorgenfrey, C. H. Bestimmung von Alkaloiden im UV-Spektralbereich 307
Thomason, P. F., siehe Davenport jr., W. H.
Thurnau, D. H. γ-Absorptiometer für die Konzentrationsbestimmung von Schwermetallsalzen 66
Tiberio, M. Bestimmung von Galegin 308
Tilgner, D. J. Gegenwärtiger Stand der quantitativen und qualitativen sensorischen (organoleptischen) Analyse von Lebensmitteln 200
Tingle, W. H., und C. K. Matocha. Pillen-Abfunkverfahren mit einem Mehrkanal-Spektrometer zur Analyse nichtmetallischer Proben 438
Tipcova, V. G., siehe Busev, A. I.
Tiselius, A., siehe Kunkel, H. G.

Tršler, M. p-Chlorbenzoylisothiocyanat als Reagens zur Charakterisierung von primären und sekundären Aminen 272 [Or]
Tjabina, R. A., siehe Kreimer, S. Je.
Todd, R., siehe Clayton, R. F.
Török, T., Kovács, M., und Kerekes, S. Untergrundkorrektur und Auswertung mit einem projizierbaren Graphikon für die Spektralanalyse 241 [Or]
Tokár, G., und Simonyi, I. Komplexe Chlorwasserstoffverbindung des Aluminiumchloridisopropylats als Reagens für Titrationen im wasserfreien Medium 318
Tomlin, S. G., und Turner, K. J. Elektrophorese von Sehnenkollagen 231
Tompsett, S. L. Bestimmung von 3,4-Dihydroxybenzoesäure, Coffeinsäure und Gallussäure neben Pyrogallol 235
Toropova, V. F., und Strekalova, O. S. Amperometrische Titration von Kobalt in magnetischen Legierungen 369
Tóth, K., siehe Szabó, Z. (Z. G.)
Trams, E. G. Bestimmung von Bis-(β-chloräthyl)-aminen 41
Traxler, R. N., und Schweyer, H. E. Infrarote und ultraviolette Untersuchung von Asphaltmaterialien 383
Trémillon, B. Trennung von Stoffen mit sehr ähnlichen Eigenschaften an Ionenaustauschern 122
Trevelyan, W. E., und Harrison, J. S. Bestimmung von Kohlenhydraten im Gewebe 71
Troeller jr., W. J., siehe Rather jr., J. B.
Trozzolo, A. M., siehe Ungar, A.
Tsao, M. U., siehe Sethna, S.
Tsuchiya, M. Bestimmung von Stickstoff und Kohlenstoff in Stahl und Titan 381
Tucker, E. B., siehe Rather jr., J. B.
Tufts, B. J., und Lodge jr., J. P. Nachweis von Halogeniden und Sulfat in atmosphärischen Staubteilchen 48
Turkel'taub, N. M., und Abramovič, L. Ju. Anwendung des Massenspektrometers zur Bestimmung der Trennleistung chromathermographischer Geräte 120
Turner, K. J., siehe Tomlin, S. G.
Tutundžić, P. S. Verwendung des Coulombs als universelle Urtitersubstanz 126
Tužilina, N. V., siehe Kreimer, S. Je.
Tyllová, M., siehe Dušinský, G.

Ubaldini, I., und Capizzi Maitan, F. Bestimmung von Chloriden und Bromiden 365
Ubaldini, I., und Cassata, S. Trennung des Quecksilbers von anderen Metallen 284
Udenfriend, S., und Cooper, J. R. Bestimmung von Tyrosin 41, 228. — Siehe auch Waalkes, T. P.
Uggla, R. Kristallwasserbestimmung durch Absorption in Phosphorpentoxyd 449
Ulin, A. W., siehe Gollub, S.
Umland, F., und Meckenstock, K.-U. Über die Verteilung von Metall-8-hydroxychinolinverbindungen zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln. IV. Untersuchung über die Verteilung der Oxinatokomplexe des Calciums und ihre photometrische Bestimmung in Chloroformlösung 161 [Or]
Underwood, A. L., siehe Powers, R. M.
Ungar, A., und Trozzolo, A. M. Unterscheidung von gebrauchten und frischem Schmieröl 388
Urech, P., Sulzberger, R., und Schaad, E. Bestimmung von Aluminiumoxyd in Sinteraluminium 295
Utsumi, S., siehe Iwasaki, I.

Vainštein, Ju. I., siehe Lastovskij, R. P.
Valeška, F., siehe Medek, J.
Varichev, D. A., und Kulaev, F. N. Trennung von anorganischen Kationen 441
Vasil'ev, V. V., und Novikov, R. N. Bestimmung von metallischem Zinn in Gemischen 64
Večeřa, Z., siehe Bieber, B.
Vejcman, R. M., siehe Ščerbakov, V. G.
Velich, V. Bestimmung von 8-Hydroxychinolin-5-sulfonsäure 395
Vella, F., und Lugg, J. W. H. Papierchromatographie der Hämoglobine 398
Venner, H., und Herb, W. Bestimmung reduzierender Zucker 42. — Siehe auch Herb, W.
Verma, M. R., Bhuchar, V. M., Therattil, K. J., und Sharma, S. S. Bestimmung von freiem Kalk in gebranntem Kalk und in Silicatprodukten 63
Verschure, J. C. M., siehe Dorhout Mees, E. J.

Viala, A., siehe Monnet, R.
Vink, C. L. J., siehe The, T. P.
Vinkoveckaja, S. Ja., und Nazarenko, V. A. Vanadometrische Bestimmung von Gallium 143
Vitkun, R. A., siehe Poluektov, N. S.
Vladimirova, V. M. Bestimmung von Indium mit ÄDTA-Lösung 143. — Siehe auch Cyvina, B. S.
Volbert, F., siehe Kaufmann, H. P.
Volkova, A. I., siehe Babko, A. K.
Věšťál, J., siehe Jílek, A.

Waalkes, T. P., und Udenfriend, S. Bestimmung von Tyrosin in Plasma und Gewebe 228
Wachsmuth, H., und Mertens, E. Colorimetrische Modifikation des Tetraphenyloboratverfahrens für Alkaloide 310
Wakamatsu, S. Spektrophotometrische Schnellbestimmung von Zirkonium in Stahl 381
Waksmundzki, A., Ościk, J., und Frelek, Z. Trennung der isomeren Mononitro-p-toluidine 375
Waldschmidt, M., siehe Bode, E.
Walker, J. W., siehe Noller, C. R.
Walker, M. T., siehe Karchmer, J. H.
Wall, M. E., und Kelley, E. G. Bestimmung von β-Carotin 156
Walter, J. L., und Freiser, H. Bestimmung von Cadmium in 2-(o-Hydroxyphenyl)-benzoxazol 283
Wang, Thang-Soo, siehe Ho, I-Djen
Waravdekar, V. S., und Saslaw, L. D. Bestimmung von 2-Desoxyribose 232
Watanabe, I., siehe Atō, S.
Waterbury, G. R., und Bricker, C. E. Spektrophotometrische Bestimmung von Mikrogrammengen Niob 458
Watkins, H. D., siehe McFadyen, D. A.
Watt, P. R., siehe Green, J.
Watzke, E., siehe Barrollier, J.
Weatherby, J. H., siehe McKennis jr., H.
Weaver, R. D., und Whitnack, G. C. Millicoulometrie zur Bestimmung der Elektronigkeit elektrochemischer Reaktionen 127
Weber, E., siehe Gerlach, E.
Wefers, K., siehe Ginsberg, H.
Wegner, E. Morphinbestimmung 315
Wehle, H. Bestimmung von Aminosäuren 228
Weichselbaum, T. E., Eiweißbestimmungsmethode 229
Weidner, G. Nachweis einiger Phenyläthylaminderivate auf Papierchromatogrammen 390
Weiss, F. T., siehe Muhs, M. A.
Weller, S. W., siehe Hindin, S. G.
Welte, E., siehe Scheffer, F.
Wendlandt, W. W. Einfache, selbstgebaute registrierende Thermowaage 133. — Thermolyse der Chelate von Cadmium, Kupfer(II), Kobalt(II) und Nickel mit 2-(o-Hydroxyphenyl)-benzoxazol 283. — Zersetzung der Oxalate von Sc, Y, La und einigen Seltenen Erden 139. — Thermolyse von Thoriumniederschlägen 140. — Thermische Zersetzung der Tetraphenylobor- und Cyanotriphenyloborderivate einiger Amine 40
Wendlandt, W. W., und Brabson, J. A. Thermolyse des Oxin-Molybdatophosphats 134
Wendt, F. Verwendung von ÄDTA in der Pharmazie und Medizin 304
Werner, O. Bestimmung von Aluminiumoxyd 296
Werning, J. R., Higbie, K. B., Grace, J. T., Speece, B. F., und Gilbert, H. L. Bestimmung von Tantal in Niob 300
West, T. S., siehe Belcher, R.
Westland, A. D., und Beamish, F. E. Bestimmung von Platin, Ruthenium und Osmium in ihren schwer aufschließbaren Legierungen 303
Wettstein, A., siehe Neher, R.
Wheeldon, L. W., und Collins, F. D. Bestimmung von Aminostickstoff in in hydrolysierten Phospatiden 318
White, J. C., siehe Young, J. P.
Whitnack, G. C., siehe Weaver, R. D.
Wiedmann, H. Bestimmung von Chrom in Kupfer-Chromlegierungen 294
Wiese, H. K., siehe Robey, R. F.
de Wijs, Y. C., siehe Agterdenbos, J.
Wilczyńska, I. Bestimmung einiger Arzneimittel 303
Wilder, jr., P., siehe Buyske, D. A., sowie Quin, L. D.
Wilkins, D. H., und Hibbs, L. E. Bestimmung von Aluminium, Nickel, Kobalt, Kupfer und Eisen in Alnico-Legierungen 296
Wilkinson, H. C., siehe Mott, R. A.
Wilkinson, J. H., siehe Bowden, C. H.
Williams, D. A., siehe Swann, D. A.
Williams, K. T., siehe Bevenue, A.
Willians, J. L., siehe Holdoway, M. J.
Willmer, T. K. Bestimmung der Begleitelemente des Roheisens 380

Wimer, D. C. Potentiometrische Titration von Amiden mit Essigsäureanhydrid 370
Winterstein, C. Bestimmung von Molybdän in Wolframerzen, Ferrowolfram und Rohwolframsäure 60
Winzler, R. J. Untersuchung von Cereprospinalliquor 232
Wise, C. S., und Mehltretter, C. L. Dialdehydgehalt von perjodatoxydierter Stärke 160
Wittkopf, G., siehe Scheffer, F.
Wolfarth, E. F. Bestimmung von 1,1′-Ferrocen-dicarbonsäure neben Ferrocenmonocarbonsäure 377
Woods, K. R., Paulsen, E. C., Engle jr., R. L., und Pert, J. H. Prüfung der elektrophoretischen Eigenschaften von Blutserum wirbelloser Tiere 77
Wootton, I. D. P. Bestimmung von Eisen in biologischem Material 76
Worthman, A., siehe Livingston, E. M.
Wunderly, Ch. Papierelektrophoretische Technik 317
Wurziger, J., und Lindemann, E. Nachweis der Alkali-Raffination von verdorbenen Schweineschmalz 153

Yagi, K. Mikrophotofluorimetrische Bestimmung von Riboflavin, Flavinmononucleotid und Flavin-adenindinucleotid in Gewebe oder in Mikroorganismen 400
Yamaguchi, Sh. Magnetische Analyse des in Nickeloxyd eingeschlossenen Nickels durch Elektronenbeugung 105 [Or]
Yamasaki, D., siehe Gagnon, P. E.
Yarbro, C. L., und Golby, R. L. Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium im Urin 71
Yasuda, K. Spektralanalytische Bestimmung von Blei in Reinstzink 295
Yoe, J. H., siehe Rush, R. M.
Yokosuka, S. Reinheitsprüfung von metallischem Nickel 302
Yoneda, M., siehe Suzuoki-Ziro
Yoneda, Y., siehe Aihara, T.
Young, J. P., French, J. R., und White, J. C. Colorimetrische Bestimmung von Zirkonium mit Brenzcatechinviolett 457

Zaglodina, T. V., siehe Lurje, Ju. Ju.
Zaidel, A. N. Spektralanalytische Bestimmung von Wasserstoff in Metallen 293
Zaitlin, M. Kontinuierliche Papierelektrophorese von Tabakmosaikvirus 224
Zalta, J.-P., siehe Lubochinsky, B.
Zarinski, V. A., und Mandel'berg, I. R. Hochfrequenzgerät für physikalisch-chemische Messungen 131
Ždanov, A. K., Chadeev, V. A., und Moiseeva, G. P. Titration von Kobalt in Gegenwart anderer Kationen 369
Zellner, R. J., siehe Bohon, R. L.
Zergényi-Balázsfalvy, M., siehe Szekeres, L. M.
Ziegler, M., und Rittner, W. Die Trennung des Kobalts von Nickel mit Anionenaustauschern und die photometrische Bestimmung des Kobalts als Cyanatkomplex 197 [Or]
Zijp, J. W. H. Papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung von Antioxydantien in Kautschuk 217
Zimmer, H. Ein Verfahren zur photometrischen Bestimmung von Thallium 268 [Or]
Zimmermann, H., siehe Böhm, M.
Zlatkis, A. Gaschromatographische Trennung isomerer Hexane 120
Zýka, J., siehe Krejzová, E.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

γ-Absorptiometer für die Konzentrationsbestimmung von Schwermetallsalzen 66
Abwasser, Bestimmung von Phosphaten und säurelöslichen Sulfaten 49; Bestimmung von Öl in Raffinerieabwässern 50; siehe auch Wasser
Acenaphthen, Bestimmung von Acenaphthylen 44
Acenaphthylen, Bestimmung neben Acenaphthen 44
Acetaldehyd, Bestimmung 371; Bestimmung von Crotonaldehyd in Gemischen 372

Acetat, Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351
Acetessigsäure, Bestimmung in Blut 225
Aceton, Bestimmung von Crotonaldehyd in Gemischen 372; Nachweis in Blut und Urin 224; Bestimmung in Blut 225; im Urin 78
Acetonfraktion, Untersuchung im Braunkohlenteer 214
Aceton-Pinakonverbindungen, Bestimmung 375
Acetophenon, Bestimmung 371
Acetylcholin, Bestimmung der Acetylgruppe 304
Acetylen, Bestimmung von Crotonaldehyd in Gemischen 372
Acetylgruppe, Bestimmung in Arzneimitteln 304
Acetylierbäder, Analyse 159
Acetylorthocresotinsäure, Bestimmung der Acetylgruppe 304
Acetyl-o-salicylsäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
Acidität, Bestimmung in Kesselwasser 50
Acilanfarbstoffe, Untersuchung 220
Aconitsäureanhydrid, bei der Bestimmung von quaternären und tertiären Aminen 462
Acrylsäurenitril, Bestimmung 464
Adenosindiphosphat, Abtrennung 78
Adenosinmonophosphat, Abtrennung 78
Adenosintetraphosphat, Abtrennung 78
Adenosintriphosphat, Abtrennung 78
Adenylnucleotide, Bestimmung des radioaktiven Phosphor 320
Adrenalin, Bestimmung in Plasma von Menschen- und Hundeblut 234
Adrenalonhydrochlorid, Bestimmung 390
ÄDTA-Lösungen, Urtitersubstanzen zur Einstellung 131
ÄDTA-Titrationen, Verwendung von 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol als Indicator 135; siehe auch Äthylendiamintetraessigsäure
Äpfelsäure, Bestimmung mit bestänliger β-Naphthollösung 42
Äthanolammoniumchloride, IR-Spektren 223
Äthylamin, Charakterisierung 273; thermische Zersetzung von Derivaten 40
Äthylbenzol, Untersuchung 112
Äthylbetain der Strychninsäure, Bestimmung neben Vitamin B_1 393
Äthylbromid, gaschromatographische Trennung 120
Äthylcyclohexan, Untersuchung 112
1-Äthylcyclohexan, Untersuchung 112
Äthylendiamintetraessigsäure, Bestimmung mit Jodmonochlorid 460; Verwendung in Pharmazie und Medizin 304; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; siehe auch ÄDTA
Äthyleniminobenzochinon, Untersuchung 236
Äthylester, Bestimmung in Copolymeren von Polyäthylestern 218
5-Äthyl-2-picolin, Bestimmung 47
Äthylquecksilber(II)-chlorid, polarographische Bestimmung 219
17-Äthyl-Spartein, R_f-Wert 311
Alanin, Charakterisierung 338; Trennung von Trifluoracetylalanin 229
Alberon, Bestimmung von Beryllium 61
Aldehyde, Nachweis als Semicarbazone 41; Bestimmung in perjodatoxydierter Stärke 160; Bestimmung von Thiocarbohydrazid 371
Aldoheptosen, Nachweis in wäßriger Lösung 44
Alizarinkomplexon, Anwendung in der Chelatometrie 446
Alkalicarbonate, Bestimmung neben Alkalihydrogencarbonaten 85
Alkaloide, Zusatz von Ammoniumformiat zu Formamid bei der Entwicklung von Alkaloiden 308; mikrochemischer Nachweis 317; Bestimmung im UV-Spektralbereich 307
Alkaloidhaltige Drogen, papierchromatographische Identifizierung galenischer Präparate 308
Alkohole, Bestimmung 40; Bestimmung in Whisky 153
Alkoxylgruppen neben N-Methylgruppen 463
Alkylbenzole, Untersuchung 112
Alkylbenzolsulfonate, Messung der Waschaktivität 223
n-Alkylbenzyldimethylammoniumsalze, Bestimmung 222
Alkylcyclohexane, Untersuchung 112
1-Alkylcyclohexene, Untersuchung 112
n-Alkylgruppen, Identifizierung in alicyclischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen 109
N-Alkylhydroxylamine, Nachweis 41
Alkyljodide, Untersuchung durch Gaschromatographie 119
Alkylpyridine, IR-spektroskopische Bestimmung 47
n-Alkylpyridiniumsalze, Bestimmung 222
Alkylthiophene, gaschromatographische Trennung 121
n-Alkyl-Trimethylammoniumsalze, Bestimmung 222

Alnico-Legierungen, Bestimmung von Al, Ni, Co, Cu und Fe 296
Aluminium, Farbreaktion 417; Fällung mit Arsinsäuren 132; Nachweis und colorimetrische Bestimmung 53; flammenphotometrische Bestimmung 284; Bestimmung mit Fluorescenzindicatoren 285; mit Mercaptobenzthiazol 453; als Oxinat 138; Bestimmung in Kupferlegierungen 51; in Alnico-Legierungen 296; in technischem Silicium 297; im Stahl 439; in Silicaten 59; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Spurenanalyse von Reinstaluminium und Aluminiumverbindungen 54; Bestimmung von Beryllium neben Aluminium 185; von Quecksilber 284; von Al_2O_3 in Sinteraluminium 295; von Ti und Zn in Hüttenaluminium 245
Aluminiumchlorid, Bestimmung von Spuren von Verunreinigungen 67
Aluminiumchloridisopropylat, Chlorwasserstoffverbindung als Reagens für Titrationen im wasserfreien Medium 318
Aluminiumhydroxyd zur Bestimmung von Kobalt-Spuren 368
Aluminiumoxyd, Bestimmungsmethoden in Sinteraluminium 295; Bestimmung von Natrium 206
Aluminiumoxyd-Platin-Katalysatoren, Arsenbestimmung 211
Aluminiumsalze, Bestimmung der freien Säure in Lösungen 449
Aluminiumsilicate, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Aluminiumverbindungen, Spurenanalyse 54
Aluminon, Komplexbildung mit Kupfer 134
Ambodryl, Bestimmung 391
Ameisensäure, Bestimmung 303
Amide, Titration mit Essigsäureanhydrid 370
Amine, thermische Zersetzung der Tetraphenylobor- und Cyanotriphenyloborderivate 40; Charakterisierung von primären und sekundären Aminen mit p-Chlorbenzoylisothiocyanat 272; Bestimmung von tertiären und quaternären Aminen 462; Trennung aliphatischer und aromatischer Amine 122
Aminide, Komplexbildung mit Kupfer 134
p-Aminobenzoesäure, Bestimmung 395
p-Aminobenzoesäureäthylester, Bestimmung 395
Aminobenzoesäuren, Charakterisierung 273
Aminobuttersäure, Charakterisierung 338
4-Amino-4′-chlordiphenyl, Mikrobestimmung von Sulfat 363
Aminogruppe, Titration von Sulfonen mit blockierter aromatischer Aminogruppe 394
Aminophenol, Charakterisierung 273
2-Aminopyridin, Charakterisierung 274
Aminosäuregemische, Papierchromatographische Charakterisierung 338
Aminosäuren, colorimetrische Bestimmungsverfahren 228; Untersuchung der Verteilung in pflanzlichem Gewebe 215; Erkennung von Trifluoracetylaminosäuren neben freien Aminosäuren 229
Aminostickstoff, siehe Stickstoff
Ammoniak, Bestimmung in Gemischen 145
Ammonium, Bestimmung als Pikrat 146; Trennung von Quecksilber 284; Einfluß auf die Sulfatbestimmung 150
Ammoniumbasen, Bestimmung durch UV-Absorptionsspektren 305
Ammoniumformiat, Zusatz zu Formamid bei der Bestimmung von Alkaloiden 308
Ammoniummolybdat, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Ammoniumrhodanid, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Ammoniumvanadat, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Ammonium-Zinksulfat als Urtitersubstanz 131
Amperometrie, Entwicklung der Titrationsverfahren 130; Grundlagen, Theorie und praktische Anwendung der Amperometrie mit 2 Indicatorelektroden 130
n-Amylamin, Charakterisierung 273
α-Amylase, Bestimmung 157
n-Amylbenzol, Untersuchung 112
Analyse, Verwendung der Verdampfungsanalyse zur Erfassung geringster Stoffmengen 251; chromatographische Trennungen in der qualitativen Analyse 439; Endpunktbestimmung bei potentiometrischen Mikroanalysen 442; Verwendung der coulometrisch-potentiostatischen Analyse 127; Anwendung der Hochfrequenzmeßtechnik 131; quantitative Sedi-

mentationsanalyse 132, 444; Überblick über die Entwicklung und derzeitiger Stand der organischen Mikroanalyse 38, 461; organoleptische Analyse von Lebensmitteln 200; Bestimmung von Sulfat bei Betriebsanalysen 150; Anwendung des Selenharnstoffs 444; Registriercolorimeter für mikrochemische Bestimmungen 133
Andalusit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Anilin, Charakterisierung 273; thermische Zersetzung von Derivaten 41
Anionische Komplexe, chromatographische Untersuchung 81, 179
Anisaldehyd, Bestimmung 371
Anisidin, Charakterisierung 273
Anorganische Säuren, papierchromatographische Trennung der Calciumsalze 372
Anorganische Salze, papierchromatographische Untersuchung von Spaltprodukten 66
Anorganische Substanzen, Vermeidung des Einschleppens von Verunreinigungen bei Analyse und Darstellung 448
Anorthit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Anthranilsäure, Bestimmung 395
Antihistamin „Spofa", Bestimmung 391
Antihistaminica, amperometrische Bestimmung 391
Antimalariamittel, mikrochemische Identifizierung 389
Antimon, Abtrennung 123; Bestimmung in Kupferlegierungen 51, 294; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in reinstem Blei 298; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Antimon(III), Bestimmung 195
Antimon-Tellurlegierung, Bestimmung von Tellur 459
Antineuralgie-Tabletten, Bestimmung verschiedener Wirkstoffe 307
Antioxydantien, Bestimmung in Kautschuk 217
Antrenyl, Bestimmung 391
Apatite, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Apoephedrin, Bestimmung 390
D-Arabinose, R_f-Wert 43
Arecolin, Bestimmung 397
Arginin, Charakterisierung 338
Aromaten, Nachweis polycyclischer Aromaten in Kohlenwasserstoff-Wachsen 385
Aromatische Kohlenwasserstoffe, siehe Kohlenwasserstoffe
Arsen, coulometrische Titration mit Brom 361; polarographische Bestimmung von drei- und fünf-wertigem Arsen 360; Titration mit Silber(II)-ionen 126; Abtrennung 123; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Aluminiumoxyd-Platin-Katalysatoren für das Benzin-Reforming-Verfahren 211; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103
Arsen(III), Titration mit Jodat 361
Arsenat, Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Arsenazo, zur Farbreaktion mit Uran 454
Arsen(III)-oxyd, Bestimmung 445
Arsinsäuren für Metallfällungen 132
Artan, Bestimmung 391
Artefacte, Verwendung von Formaldehyd zur Vermeidung von Artefacten bei der Bestimmung von Ketosäuren 374
Artemisia martima L., Bestimmung von Santonin 304
Arthropoda arachnoidea, Prüfung elektrophoretischer Eigenschaften des Blutserums 77
Arthropoda acrustacea, Prüfung elektrophoretischer Eigenschaften des Blutserums 77
Arthropoda mollusca, Prüfung elektrophoretischer Eigenschaften des Blutserums 77
Arzneimittel, polarographische Bestimmung 303; Bestimmung der Acetylgruppe 304
Ascorbinsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372; Bestimmung im Blut 236
L-Ascorbinsäure, Übersicht über die Bestimmungsmethoden 205
Asparaginsäure, Charakterisierung 338
Asphaltmaterialien, Absorption im ultravioletten und infraroten Spektralbereich 383
Aspirin, Bestimmung der Acetylgruppe 304
Atarax, Bestimmung 391
Atmosphärische Staubteilchen, Nachweis von Halogeniden und Sulfat 48
Atropin, Bestimmung in Tetraphenyloborat 311
Aureomycin, Bestimmung 398

Aurintricarbonsäure, Komplexbildung von Kupfer mit dem Ammoniumsalz 134
Auswerteverfahren in der Spektralanalyse 241, 437

Backwaren, Nachweis von Farbstoffen 205
Bakteriensporen, Bestimmung von Dipicolinsäure 239
Banthin, Bestimmung 391
Barium, Farbreaktion 417, 447; Nachweis 282; Bestimmung 421; in Gemischen mit Zink oder Cadmium 138; in Silicaten 59; in Fasermaterial 156; in medizinischen und pharmazeutischen Präparaten 304; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Quecksilber 284
Bariumsulfat, Aufschluß mit Chlorwasserstoffgas 421
Basen, Titration von SH- und S-haltigen Basen 390; siehe auch organische Basen
Bathophenanthrolin zur Bestimmung von Eisenspuren in Wismut 55
Baumwollwarenfabriken, Analyse gebrauchter Acetylierbäder 159
Bauxite, Röntgenographische Mineralanalyse 206
Begleitelemente, Bestimmung in Roheisen 380
Benadryl, Bestimmung 391
Benzaldehyd, Bestimmung 371
Benzethoniumchlorid, Bestimmung durch UV-Absorption 305
Benzhydrazid, Bestimmung 457
Benzhydrylamindiessigsäure, als neuer Komplexbildner 446
Benzin-Reforming-Verfahren, Bestimmung von Arsen in den Katalysatoren 211
Benzochinon, Untersuchung von Derivaten 236
Benzol, Bestimmung in höheren Fraktionen von Rohbenzol 214; Bestimmung von Halogenen 386; von Carbonylverbindungen 214; von Thiophen und Schwefelkohlenstoff in Rohbenzol 214
Benzolfraktion, Untersuchung im Braunkohlenteer 214
Benztriazol zur Bestimmung von Silber 136
Benzylamin, Charakterisierung 274; thermische Zersetzung von Derivaten 41
Benzylamindiessigsäure, als Komplexbildner 446
17-Benzyl-spartein R_f-Wert 311
Berberin, papierchromatographische Abtrennung 312
Bergapten, Bestimmung 377
Bergaptol, Bestimmung 377
Beryll, Bestimmung von Beryllium 61
Beryllium, Füllung mit Arsinsäuren 132; Bestimmung mit Mercaptobenzthiazol 453; gewichtsanalytische Bestimmung in Gegenwart von anderen Elementen in Legierungen und Mineralien 183; Bestimmung in Gesteinen, Mineralen und Legierungen 61; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 343; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Sauerstoff 294
Beryllon II, Bestimmung von Thorium 286
Betain, Fällung 317; Bestimmung als Reineckat 393; Titration 450
Betaincitrat, Titration 450
Betriebsanalysen, Bestimmung von Sulfat 150
Bilirubin, Bestimmung im Urin 78
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung des p_H- und r_H-Wertes 71; Bestimmung von Oxytetracylin 398
Biologisches Material, Mikrobestimmung von Jod 75; Bestimmung von Eisen 76
Biologische Verbindungen, Nachweis stickstoffhaltiger biologisch wichtiger Verbindungen 77
2,6-Bis- (4-äthyl-2-pyridyl) -4-phenylpyridin, zur Bestimmung von Eisen(II) neben Kobalt(II) 368
Bis-(β-chloräthyl)-amine, Bestimmung 41
Bis-Cyclohexanon-oxalyldihydrazon zur Bestimmung von Kupfer 80
Bismuthiol I als analytisches Reagens 100
Blätter, Bestimmung von Stickstoff 215
Blei, Farbreaktion 417, 447; Fällung mit Arsinsäuren 132; Bestimmung 420; gravimetrische Bestimmung 456; Abtrennung 123; als Halogenkomplex 125; Trennung von Silber und Quecksilber 104; Bestimmung in Kupferlegierungen 51, 293; in Reinstzink 295; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Zinnlegierungen 298; in Elektrolytmangan und Ferromangan 301; im Stahl

57, 439; in Gußeisen 380; in Zinkblende 60; in Bleiglanz 60; in Silicaten 59; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 102; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Antimon in reinstem Blei 298
Bleiapatit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Bleichlorid, chronopotentiometrische Untersuchung 126
Bleierze, Bestimmung von Silber 136
Bleiglanz, Bestimmung von Blei 60
Bleioxyde, Bestimmung höherer Bleioxyde 291
Bleiproduktion, Bestimmung von Selen und Tellur im Staub 64
Bleitetraäthyl, Bestimmung in Kraftstoffen 386
Blut, Grundlagen der Messung des p_H-Wertes 70; Bestimmung des p_H- und r_H-Wertes 71; des Säure-Basen-Haushaltes 224; Bestimmung von Kohlenmonoxyd 74; Bestimmung verschiedener Metalle 132; von Ketonkörpern 225; von Aceton und Acetessigsäure 225; von Glucose 232; von Mannit 233; von Ascorbinsäure 236; von Epinephrin und Norepinephrin im Plasma von Menschen- und Hundeblut 234; von Prothrombin 238; des Prothrombingehaltes von Frischblut 238; von Phylloerythrin 239
Blutserum, Bestimmung von Isoniazid 240; von Sulfonamiden 236
Blutserum wirbelloser Tiere, elektrophoretische Eigenschaften 77
Boden, Bestimmung der Feuchtigkeit aus der Wärmeleitfähigkeit 67; des isotopisch verdünnbaren Calciums 210; von Nitrat und Gesamtstickstoff 68; des organischen Kohlenstoffgehaltes 211; von pflanzenverfügbarem Mangan 69
Bodenfeuchtigkeit, Bestimmung aus der Wärmeleitfähigkeit 67
Bodenproben, Bestimmung des Stickstoff-, Chlor- und Kupfergehaltes 68
Böhmit, röntgenographische Analyse 206
Bor, Bestimmung in Graphit 63, 64
Borat, Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351
Borsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372; Bestimmung in Gläsern durch Destillation 188
Borsäuremethylester bei der Bestimmung von Borsäure in Gläsern 188
Bradosol, Bestimmung durch UV-Absorption 305
Braunkohlenteer, chromatographische Zerlegung 213
Braunstein, Nachweis verschiedener Stoffe durch Verdampfung 253; Bestimmung von Thallium 253, 258
Brenzcatechinviolett, zur Bestimmung von Zirkonium 457
Brom, polarographische Bestimmung von Bromionen 367
Bromat zur Bestimmung von Jod 130; Bestimmung neben Perjodat 32
Brombenztriazol zur Silberbestimmung 136
1-Bromhexan, gaschromatographische Abtrennung 120
Bromid, Bestimmung 439; in Gemischen 151, 365
1-Brom-3-methylpentan, gaschromatographische Abtrennung 120
2-Brompentan, gaschromatographische Trennung 120
5-Bromsalicylsäure, Thermolyse des Thoriumniederschlages 140
N-Bromsuccinimid zur Bestimmung von Vitamin C 156
Bromthalliumsäure, zum Nachweis organischer Basen 317
Bromwasserstoffsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Bronzen, Analysen 51; Bestimmung von Beryllium 61; von Nickel in Gegenwart anderer Metalle 359
Brucin, R_f-Werte 308
Butanisomere, Untersuchung 120
Butenisomere, Untersuchung 120
n-Butylamin, Charakterisierung 273; thermische Zersetzung von Derivaten 41; Einfluß auf die Verteilung von Calciumoxinat zwischen Chloroform und Wasser 162
sek.-Butylamin, thermische Zersetzung von Derivaten 41
n-Butylbenzol, Untersuchung 112
Butylbromid, Methode zur Bestimmung von Sauerstoff in Natriummetall 293
n-Butylbromid, gaschromatographische Trennung 120
n-Butylcyclohexan, Untersuchung 112
1-n-Butylcyclohexen, Untersuchung 112
17-Butyl-Spartein, R_f-Wert 311

Cadmium, Farbreaktion 417, 447; Thermolyse des Chelates 283; Fällung mit Arsinsäuren 132; Bestimmung 135, 420; gravimetrische Bestimmung 283;

Bestimmung in Form des Cyanoferrats 137; Abtrennung 123; als Halogenkomplex 125; Bestimmung in Gemischen mit Magnesium, Strontium oder Barium 138; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Nickel 58; in Silicaten 59; in Zinkblende 60; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; in pharmazeutischen und medizinischen Produkten 304; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 102; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Cadmium 185; von Quecksilber 284;
Cadmiumchlorid, chronopotentiometrische Untersuchung 126
Cadmiumtartratkomplex, Untersuchung 83
Caesium, Bestimmung 281; als Pikrat 146
Calcium, Farbreaktion 417, 447; Verteilung der Oxinatokomplexe zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 161; Nachweis 282; Bestimmung 132; komplexometrische Titration mit Eriochromrot B als Indicator 282; Bestimmung in Silicaten 59; in Dolomit 207; Bestimmung des isotopisch verdünnbaren Calciums in Boden 210; Bestimmung in pharmazeutischen und medizinischen Präparaten 304; im Urin 71; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Calcium 185; von Magnesium neben Calcium 137; von Quecksilber 284
Calcium-45 zur Bestimmung von isotopisch verdünnbarem Calcium 210
Calciumcarbonat, Bestimmung neben anderen Verbindungen 451
Calciumhydroxyd, Bestimmung neben anderen Verbindungen 451
Calciumorthophosphat, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Calciumoxyd, Bestimmung in Kalken und Dolomiten 60
Calciumperoxyd, Bestimmung neben anderen Verbindungen 451
Calciumsuperoxyd, Bestimmung neben anderen Verbindungen 451
Camphersulfonsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Candelillawachs, Infrarotspektren 223
Carbobenzoxy-L-leucylhydrazid, Bestimmung 457
Carbonate, Bestimmung neben Hydrogencarbonaten 85; Einfluß auf die Sulfatbestimmung 150
Carbonylgruppen, Bestimmung in abgebauter Cellulose 158
Carbonylverbindungen, Bestimmung von Benzol 214
Carboxylase, Bestimmung von Thiaminphosphorsäureestern 203
Carnauba-Morpholinoleat, IR-Spektrum 223
Carnaubawachs, IR-Spektren 223
Carotin, Nachweis in Milchprodukten 155
β-Carotin, Bestimmung in Fruchtsäften 156
Ceepryn-Cetylpyridiumchlorid, Bestimmung durch UV-Absorptionsspektren 305
Cellulose, Bestimmung von Carbonylgruppen in abgebauter Cellulose 158
Celluloseesterpapier zur Trennung hydrophober Substanzen 122
Cer, Farbreaktion 417, 447; Absorptionsspektrum 139; Fällung mit Arsinsäuren 132; Titration mit Silber(II)-ionen 126; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Isoniazid 240; Isolierung der Glykoproteine und Mucoproteine 231
Cevadin, oscillographische Charakterisierung 312
Cevagenin, oscillographische Charakterisierung 312
Cevin, oscillographische Charakterisierung 312
Chelatometrie, neue Indicatoren 446; Indicatoren und Titrationsfehler 447; Verwendung von 1(2-Pyridylazo)-2-naphthol als Indicator 135; in der Erzanalyse 60
Chinaldin, Nachweis 317
Chinidin, Bestimmung 318
Chinin, Bestimmung 318; R_f-Werte 308
Chinolin, Fällung 317; thermische Zersetzung von Derivaten 41; Nachweis 317
Chinolinsäure als Reagens zur Palladiumbestimmung 247

Chinolizidin-Alkaloide, papierchromatographische Trennung 311
Chinonderivate, Untersuchung cytostatischer Chinonderivate 236
Chlor, Bestimmung in Boden- und Pflanzenproben 68; Bestimmung in Hypochloritlösungen 67; Einfluß auf die Sulfatbestimmung 150
Chloramphenicol, Bestimmung 393; Trennung von seinen Zersetzungsprodukten 393
Chloranil, bei der Bestimmung von tertiären und quaternären Aminen 463
Chloranilin, Charakterisierung 273
Chlorapatit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Chlorat, Abtrennung 460; Einfluß auf die Sulfatbestimmung 150
Chlorbenzaldehyde, Bestimmung 371
p-Chlorbenzoylisothiocyanat zur Charakterisierung von primären und sekundären Aminen 272
Chlorid, Bestimmung 439; Bestimmung kleiner Mengen 151; Maßanalytische Bestimmung mit Quecksilber(II)-nitratlösung 365; Abtrennung 460; Bestimmung in Gemischen 151, 365; in Wasser 424; in Kesselwasser 50; im Serum 365
Chlorionen, Titration in Kupfer- und Zinksulfatlösungen 67
Chlornaphthaline, Bestimmung 375
4-Chlor-2-nitroanilin, Charakterisierung 273
Chloroformlösung, photometrische Bestimmung der Oxinatokomplexe von Ca in Chloroformlösung 161
Chlorogensäure, Bestimmung 464
Chlortetracyclin, Bestimmung 398
Cholin, Fällung 317; Bestimmung in Tetraphenyloborat 311
Cholincitrat, Titration 450
Cholinesteraseaktivität, spektrophotometrische Bestimmung 79
Cholsäure, Trennung von Desoxycholsäure 122
Chondroitinschwefelsäure, Farbreaktion 234
Chrom, Fällung mit Arsinsäuren 132; Nachweis 439; coulometrische Bestimmung 364; Mikrobestimmung mit 1,5-Diphenylcarbohydrazid 459; Bestimmung in Kupfer-Chromlegierungen 294; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Titanlegierungen 379; im Stahl 439; in Gußeisen 57; kleiner Gehalte in Elektronen-Nickel 302; in Erzen und Zwischenprodukten 209; in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Chrom(VI), photometrische Titration 457
Chromat, Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103
Chromatographie, Empfindlichkeitssteigerung von Bestimmungen 123; zur Trennung von Isotopen 125; Fällungspapierchromatographie zur Trennung anorganischer Kationen 441; siehe auch Papierchromatographie
Chromatographische Trennungen in der qualitativen Analyse 439
Chromazurol S, zur Bestimmung von Beryllium 61
Chromkomplexe, Trennung isomerer Chromkomplexe 370
Chrom-Kupferlegierungen, Bestimmung von Chrom 294
Chrom-Nickel-Molybdänstahl, Bestimmung von Nickel in Gegenwart anderer Elemente 359
Chrom-Nickelstahl, Bestimmung von Nickel in Gegenwart anderer Elemente 359
Chromoxan-Reinblau BLD, zur Bestimmung von Beryllium 61
Chromoxan-Reinblau V zum Nachweis und zur Bestimmung von Aluminium 53
Chromoxyd, Aufschluß und Analyse 65
Chromsäure bei der Bestimmung von n-Alkylgruppen in verschiedenen Kohlenwasserstoffen 109
Chromsalze, Bestimmung der freien Säure in Lösungen 449
ω-Chromschwarz PPV als Metall-Indicator 416
Chronopotentiometrische Messungen im Schmelzfluß 125
Chrysoidin, Bestimmung 303
Cinchonidin, R_f-Werte 308
Cinchonin, R_f-Werte 308
Cocain, Bestimmung mit Tetraphenyloborat 311
Codein, Bestimmung 314, 318; in Mohnkapseln 315; R_f-Werte 308
Coffein, Fällung 317; Nachweis 317; Bestimmung 48, 307, 309; Titration 450
Coffeinsäure, Bestimmung neben Pyrogallol 235

Colchicin, R_f-Werte 308
β-Collidin, Bestimmung von 5-Äthyl-2-picolin 47
s-Collidin, Bestimmung von Mesitylen 47
Colorimeter, Registriercolorimeter für mikrochemische Bestimmungen 133
Coproporphyrin, Bestimmung 399
Corbasil, Bestimmung 390
Coulomb, Verwendung als Urtitersubstanz in der Coulometrie 126
Coulometrie, derzeitiger Stand 126; zur Bestimmung der Elektronigkeit elektrochemischer Reaktionen 127; Verwendung des Coulombs als Urtitersubstanz 126
Coulometrisch-potentiostatische Analyse im Milligrammaßstab 127
Crotonaldehyd, Bestimmung 372
Cumarine, Bestimmung 377; papierelektrophoretische Trennung 377
Cuminaldehyd, Bestimmung 371
Curarealkaloide, papierelektrophoretische Analyse 313
Cyanacetamid zur Maskierung von Kupfer bei der Zinkbestimmung 283
Cyanatkomplex zur Bestimmung von Kobalt 197
Cyanid, Titration kleiner Mengen 144; Bestimmung mit Jod 130
Cyanidionen, Bestimmung 145
Cyanit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Cyanocobalamin, Bestimmung der Reinheit 204
Cyanoferrat, amperometrische Redoxtitrationen mit Hexacyanoferrat 130
Cyanoferrat(III) zur Titration von Kobalt in magnetischen Legierungen 369
Cyanotriphenyloborderivate von Aminen thermische Zersetzung 40
1,2-Cyclodecandioxim als Reagens 131
Cyclohexan, gaschromatographische Abtrennung 120
Cyclohexylamin, Charakterisierung 274
Cyclopentan, gaschromatographische Abtrennung 120
Cystin, Charakterisierung 338
Cytisin, R_f-Wert 311

Dampfdruckverhältnisse, Beziehungen zu den Retentionsverhältnissen 401
Decanal, Bestimmung 371
Depolarisatoren, Untersuchung des Einflusses von Sauerstoff auf die Depolarisatoren 129
Desoxycholsäure, Trennung von Cholsäure 122
Desoxyribonucleinsäure, Bestimmung in Gewebe 71
2-Desoxyribose, Bestimmung 232
Diäthylamin, Charakterisierung 273; thermische Zersetzung von Derivaten 40
Diäthyldithiocarbaminat zur Bestimmung von Uran-233 in Thorium 141
Diäthylparaphenylendiamin, zum mikrochemischen Nachweis von Eisen-(III)-ionen 367
Dialdehyde, Bestimmung in perjodatoxydierter Stärke 160
Dialdehydgehalt, Bestimmung in Stärke 160
Dialkyl-dithiophosphorsäuren als analytische Reagentien 445
Diaryl-dithiophosphorsäuren als analytische Reagentien 445
Diaspor, röntgenographische Analyse 206
Dibromäthan, gaschromatographische Trennung 120
Dibromalkane, gaschromatographische Trennung 120
5,7-Dibromhydroxychinolin zur vanadatometrischen Bestimmung von Gallium 143
1,2-Dibrompropan, gaschromatographische Trennung 120
Dichloressigsäure, Abtrennung aus Gemischen 373
Dichlorsulfo-dimethyl-oxyfuchson-dicarbonsäure, zur Bestimmung von Beryllium 61
Diepoxy-p-menthan, Identifizierung 377
(4,5),(8,9)-Diepoxytricyclo(5,2,1)-odecan, Identifizierung 377
Digallussäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
Digitoxin, Bestimmung 306
Dihydroergocornin, R_f-Wert 316
Dihydroergocristin, R_f-Wert 316
Dihydroergokryptin, R_f-Wert 316
Dihydroergotamin, R_f-Wert 316
Dihydroquercetin, Bestimmung 390
1,2-Dihydroxyanthrachinolyl(3)-methylamin-N,N,-diessigsäure, Anwendung der Komplexometrie 446
3,4-Dihydroxybenzoesäure, Bestimmung neben Pyrogallol 235
p-Diisobutyl-phenoxy-äthoxy-äthyl-dimethylbenzylammonium-chlorid, Bestimmung durch UV-Absorptionsspektren 305
Diisopropylketon, Bestimmung 371
Dimercaprol, Reinheitsprüfung 392
2,3-Dimercapto-l-propanol, Reinheitsprüfung 392

4,7-Dimethoxycumarin, Bestimmung 377
Dimethylamin, thermische Zersetzung von Derivaten 40; Bestimmung 146
p-Dimethylaminobenzaldehyd, Bestimmung 371; Reagens zur Charakterisierung von Indolderivaten 341; bei der Bestimmung von Pyrrol und Indol in Petroleumdestillaten 387
Dimethylaminobenzalrhodanin, zur colorimetrischen Bestimmung von Gold 451
Dimethylamino-phenyldimethylpyrazolon, Bestimmung 307
Dimethylanilin, Charakterisierung 273
Dimethylarsinsäure für Metallfällungen 132
Dimethylbutan, gaschromatographische Abtrennung 120
1,1-Dimethylhydrazon des p-Nitrobenzaldehyds, Bestimmung 457
3,5-Dinitrobenzolsulfonsäure zur Bestimmung herzwirksamer Glykoside 306; Reagens zur Bestimmung von Digitoxin, Strophantin und Quabain 306
Dioxycumarine, Bestimmung 377
2,2′-Diphensäure, Thermolyse des Thoriumniederschlages 140
Diphenylamin, Charakterisierung 274
1,5-Diphenylcarbohydrazid zur Bestimmung von Chrom 459
Diphenylguanidin, Titration 450
Diphenylhydantoin, Abtrennung 392
4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin zur Bestimmung von Eisenspuren in Wismut 55
Diphenylumbelliferon, Bestimmung 377
Diphosphat, Bestimmung neben Monophosphat 147; R_f-Werte 148
Dipicolinsäure, Bestimmung in Bakteriensporen 239
Distickstoffmonoxyd, Untersuchung 120
Disulfide, Bestimmung im Erdöl 384
Dithiaminphosphorsäureester, Bestimmung 203
N,N′- Di-o-tolyläthylendiamin, Bestimmung in Kautschuk 217
Dodecanal, Bestimmung 371
n-Dodecylamin, Charakterisierung 273
Dolomit, gleichzeitige Bestimmung von Calcium und Magnesium 207; Bestimmung von Calcium- und Magnesiumoxyd 60
Douglastanne, Bestimmung von Dihydroquercetin im Holz 390
Drogen, Identifizierung galenischer Präparate aus alkaloidhaltigen Drogen 308
Dysprosium, Absorptionsspektrum 139
Eigelb, Bestimmung des Aminostickstoffs in nicht hydrolisierten Phosphatiden 319
Eisen, Farbreaktion 417; analytische Untersuchung mit metallspezifischen Indicatoren 29; Fällung mit Arsinsäuren 132; Bestimmung 439; mit elektrolytisch erzeugtem Permanganat 152; Bestimmung in Kupferlegierungen 51; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Alnico-Legierungen 296; in technischem Silicium 297; in Titanlegierungen 379; von Spuren in Wismut 55; Bestimmung in Wolframlegierungen 88; in Silicaten 59; in Textilfaseraschen 157; in biologischem Material 76; im Serum 76; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Eisen 185; von Quecksilber 284; von Uran neben Eisen 288, 289; siehe auch Gußeisen, sowie Roheisen
Eisen(II) zur Jodbestimmung 130; Bestimmung mit Jodmonochlorid 460; Bestimmung neben Kobalt(II) 368
Eisen(III), Bestimmung 130; mit Hydroxylamin 432; mit Tris-(o-hydroxyphenyl)-phosphinoxyd 368; Trennung von Kupfer(II) durch Ionenaustausch 135; Störung bei der Zirkoniumbestimmung 9
Eisen(II)-ammoniumsulfat, Bestimmung 445
Eisen(III)-citratkomplex, Untersuchung 182
Eisen(III)-ionen, mikrochemischer Nachweis 367
Eisenlegierungen, Bestimmung von Chrom 364
Eisenoxyd, Bestimmung von Thallium 258
Eisen(III)-rhodanid, bei der colorimetrischen Bestimmung von Fluorid 365
Eisensalze, Bestimmung der freien Säure in Lösungen 449
Eiweiß, Bestimmung von Gesamteiweiß 444; Nachweis im Urin 78; Bestimmung von Stickstoff 132
Eiweißbestimmung, Brauchbarkeit verschiedener Eiweißbestimmungen im Liquor 229
Elektroaktive Substanzen, polarographische Untersuchung mit rotierender Tropfelektrode 128

Elektroden, Mittelstiftelektroden zur Untersuchung von Stahllösungen 439; Napfelektrode zur spektrographischen Untersuchung von Schlakken 438; rotierende Quecksilbertropfelektroden in der Polarographie 128
Elektrolytmangan, Bestimmung von Blei 301
Elektronigkeit chemischer Reaktionen, Untersuchung 127
Elektrophorese, Entwicklung der Hochvoltelektrophorese 125; zur Trennung von Isotopen 125; siehe auch Papierelektrophorese
Elementaranalyse, Störungen bei der Bestimmung des Tritiumgehaltes organischer Substanzen 291; Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 292; von Stickstoff in Pyridinderivaten 292
Emetin, R_f-Werte 308
Emulgatoren, IR-Spektren der emulgierten Bestandteile 223
Enzymaktivität, Bestimmung in Gewebshomogenaten 80
Epinephrin, Bestimmung in Plasma von Menschen- und Hundeblut 234
Epoxycyclohexan, Identifizierung 377
Epoxyde, Identifizierung 377
1,2-Epoxydodecan, Identifizierung 377
1,2-Epoxy-p-menthan, Identifizierung 377
1,2-Epoxyoctan, Identifizierung 377
2,3-Epoxypinan, Identifizierung 377
Epoxy-2,2,4-trimethylpentane, Identifizierung 377
Erbium, Absorptionsspektrum 139
Erdalkalimetalle, Hydroxynitrochalcone zum Nachweis 282
Erdöl, Bestimmung organischer Disulfide 384
Ergocristin, R_f-Wert 316
Ergocristin-Ergocornin, R_f-Wert 308
Ergokryptin, R_f-Wert 308
Ergometrin, R_f-Werte 308
Ergotamin, R_f-Werte 308, 316
Eriochromrot B als Indicator zur komplexometrischen Calciumbestimmung 282
Erniarin, Bestimmung 377
Eruptivgesteine, radiometrische Bestimmung von U, Th, Ra und K 209
Erythrocyten Geisteskranker, Untersuchung von Phosphorsäureestern 74
Erzanalyse, Verwendung der komplexometrischen Titrationen 60
Erze, Bestimmung von Chrom 209; von Schwefel in sulfidischen Erzen 60
Essigsäure, Bestimmung von Crotonaldehyd in Gemischen 372
Essigsäureanhydrid zur Titration von Amiden 370
Europium, Absorptionsspektrum 139
Experimentieren unter dem Mikroskop 133

Fällungspapierchromatographie zur Analyse anorganischer Kationen 441
Fällungstitrationen, Verwendung metallspezifischer Indicatoren 29
Farbstoffe, Nachweis in Backwaren 205; Bestimmung in Paprikamahlgut 156
Fasermaterialien, Bestimmung von Spurenelementen 157
Fehlerquellen in der Spektralanalyse 437
1,1′-Ferrocen-dicarbonsäure, Bestimmung in Gegenwart von Ferrocenmonocarbonsäure 377
1,1′-Ferrocen-monocarbonsäure, Bestimmung von 1,1′-Ferrocen-dicarbonsäure 377
Ferromangan, Bestimmung von Blei 301; von Mangan 382
Ferron, zur Bestimmung von Al und Fe in Silicium 297
Ferrowolfram, Bestimmung von Molybdän 60
Fette, papierchromatographische Trennung 122; Bestimmung von Rohfett 220; von Gesamtfett in Futtermitteln 220; Nachweis in Milch 155; Bestimmung in Mayonnaisen 155
Fettsäuren, papierchromatographische Trennung 122; Trennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 372; Bestimmung verschiedener funktioneller Gruppen in langkettigen Fettsäuren 373; Bestimmung in Futtermitteln 220
Feuchtigkeit, Bestimmung im Boden aus der Wärmeleitfähigkeit 67; in großen Einheiten von Reifen-Reyon 159
Feuerfeste Systeme, Bestimmung von Mineralbestandteilen 62
Fingerhutblätter, Unterscheidung 306
Flammenphotometrie, Störungen 118
Flaveanwasserstoff, Bestimmung 374
Flavin-adenindinucleotide, Bestimmung in Geweben oder Mikroorganismen 400
Flavinmononucleotid, Bestimmung in Geweben oder Mikroorganismen 400
Flüchtige Bestandteile, Bestimmung in Kohle, Koks und Holz 212
Flugstaub, Bestimmung von Thallium 258

Fluorapatit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Fluorescenzindicatoren bei Neutralisationstitrationen 447; zur Bestimmung von Aluminium und Zink 285
Fluorid, colorimetrische Bestimmung 150, 365
Fluorwasserstoffeisenbeize, Bestimmung von Nitrat und Nitrit 65
Formaldehyd, Anwendung zur Vermeidung von Artefacten bei der chromatographischen Bestimmung von Ketosäuren 374; Bestimmung 303, 371; Bestimmung von Formaldehydbisulfit und Formaldehydsulfoxylat neben Formaldehyd 371
Formaldehydbisulfit, Bestimmung 371
Formaldehyd-Schwefelsäure, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Formaldehydsulfoxylat, Bestimmung 371
Formamid, Zusatz von Ammoniumformiat, bei der Entwicklung von Alkaloiden 308
Frauenmilch, Analyse 77
Frischblut, Bestimmung des Prothrombingehaltes 238
Fruchtsäfte, Bestimmung von β-Carotin 156
D-Fructose, Mikrobestimmung 43; R_f-Wert 43
Früchte, Bestimmung von Mono- und Oligosacchariden in grünen Pflanzen und Früchten 321; von Mesulfan 205
Ftiwazid, Bestimmung von Isoniacid 303
Funktionelle Gruppen, coulometrische Bestimmung ungesättigter Gruppen 39
Furfurol, Bestimmung 371
Futtermittel, Untersuchung nach den „Verbandsmethoden“ 220; Bestimmung von freien Fettsäuren 220; von Gesamtfett 220

Gadolinium, Absorptionsspektrum 139; Löslichkeit des ÄDTA-Komplexes 286
Galaktogluconsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Galegin, Bestimmung 308
Gallium, Reaktionen des dreiwertigen Galliums 142; vanadometrische Bestimmung 143; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Gesteinen und Mineralien 208; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157
Gallussäure, Bestimmung neben Pyrogallol 235
Gaschromatographie, Beziehungen zwischen Retentionsverhältnissen und Dampfdruckverhältnissen 401; Verwendung des Massenspektrometers zur Untersuchung der Leistungsfähigkeit von Geräten 120; Verwendung eines Gaschromatographen zur Untersuchung der Radioaktivität von Komponenten 119; kontinuierliche Trennung von Gasen 439
Gase, kontinuierliche Trennung durch Gaschromatographie 439
Gasgemische, Bestimmung von Kohlendioxyd 48
Gegenstromverteilung, zur kontinuierlichen Trennung von Gasen 439
Gehlenit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Geisteskranke, Untersuchung von Phosphorsäureestern in Erythrocyten 74
Gemüsekonserven, Bestimmung von Zinn 154
Germanium, Nachweis in Braunsteinproben 253
Germerin, oscillographische Charakterisierung 312
Germin, oscillographische Charakterisierung 312
Gesamtfett, Bestimmung in Futtermitteln 220
Gesamtlipoide, Bestimmung in Gewebe 71
Gesteine, Bestimmung von Beryllium 61; radiometrische Bestimmung von U, Th, Ra und K nebeneinander 209; Bestimmung von Gallium 208; von Kohlendioxyd und Wasser 59
Gewebe, Bestimmung der Hauptinhaltsstoffe 71; Untersuchung der Verteilung einfacher Stoffe in pflanzlichem Gewebe 215; Bestimmung von Tyrosin 228; von Nucleinsäuren 319; von Riboflavin, Flavinmononucleotid und Flavinadenindinucleotid 400
Gewebshomogenate, Bestimmung der Enzymaktivität 80
Gläser, Bestimmung von Borsäure durch Destillation 188
Gleichspannung zur Steigerung der Selektivität von chromatographischen Bestimmungen 123
Glucoheptonsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Gluconsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Glucose, Trennung von Sorbit 43; Bestimmung in Blut 232; Nachweis im Urin 233; Bestimmung im Urin 78

Glucoseoxydase zum Nachweis von Glucose im Urin 233
Glutaminsäure, Charakterisierung 338; R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Glycerinphosphorsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Glycin siehe Glykokoll
Glykokoll, Charakterisierung 338; Titration 450; Trennung von Trifluoracetylglycin 229
Glykoproteine, Isolierung aus Cerebrospinalliquor 231
Glykoside, Bestimmung 306
Gold, colorimetrische Bestimmung 451; Trennung von Iridium und Osmium 104; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Textilfaseraschen 157
Gold(III), Darstellung des Oxinkomplexes 281
Goldbromid, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Goldbromwasserstoffsäure als Fällungsreagens für Alkaloide und organische Basen 317
Goldcyanid, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Graham'sches Salz, R_f-Werte der Bestandteile 148
Graphikon, projizierbares Graphikon zur Untergrundkorrektur und Auswertung in der Spektralanalyse 241
Graphit, Bestimmung von Bor 63, 64
Grauwacke, Bestimmung von Thallium 258
Gruppen, coulometrische Untersuchung ungesättigter funktioneller Gruppen 39
Guajacol, Bestimmung 40
Gußeisen, registrierende spektrochemische Analyse 56; Bestimmung von Spuren Blei und Wismut 380

Hämoglobine, papierchromatographische Trennung 398
Hämolyse, Bestimmung von Saponin durch Saponinhämolyse 389
Hafnium, Bestimmung von Zirkonium neben Hafnium 290
Halogenderivate von Pyridin, Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 292
Halogene, Bestimmung in Petroleumprodukten 386
Halogenide, Nachweis in atmosphärischen Staubteilchen 48
Halogenkomplexe von Metallen, papierelektrophoretische Trennung 125
Harn, Simultane vierdimensionale Papierchronatographie pathologischer Harne 341; Bestimmung verschiedener Metalle 132; von Stickstoff 132; von Chlorid mit Quecksilber(II)-nitratlösung 365; von Phenylbrenztraubensäure 227; siehe auch Urin
Harnsäure, Bestimmung 48
Harnstoff, Bestimmung im Serum 444
Harnstoffeinschlußverbindungen, zur Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in Paraffinen 385
Hartblei, Bestimmung von Thallium 259
Heparin, Farbreaktion 234
n-Heptadecylamin, Charakterisierung 273
n-Heptylbenzol, Untersuchung 112
Heroin, Bestimmung der Acetylgruppe 304
Herzmuskelpräparate, Bestimmung von α-Tocopherol 237
Hexachlorcyclohexan, Bestimmung des γ-Isomeren in Hexachlorcyclohexanhaltigen Insecticiden 222
Hexacyanoferrat, siehe Cyanoferrat
1-Hexadecyl-pyridiniumchlorid, Bestimmung durch UV-Absorptionsspektren 305
Hexamethylentetramin, Fällung 317; Bestimmung von Betain und Piperazin neben Hexamethylentetramin 393
Hexane, gaschromatographische Trennung 120
Hexosamin, Bestimmung kleiner Mengen 44
n-Hexylamin, Charakterisierung 273
n-Hexylbenzol, Untersuchung 112
Hirudin zur Titration von Prothrombin in Frischblut 238
Histidin, Charakterisierung 338
Hochfrequenzgerät für physikalisch-chemische Messungen 131
Hochfrequenzmeßtechnik, Anwendung in der Analyse 131
Hochfrequenztitrimeter, Aufbau 449
Hochvoltelektrophorese, Entwicklung 125
Holmium, Absorptionsspektrum 139
Holz, Bestimmung der flüchtigen Bestandteile 212
Hüttenaluminium, Bestimmung von Ti und Zn 245
Hüttenblei, Bestimmung von Thallium 259
Hüttenzink, Bestimmung von Thallium 259
Humusextrakte, Bestimmung des organischen Kohlenstoffgehaltes 211

Hundeblut, siehe Blut
Hyaluronsäure, Farbreaktion 234
Hyamin, Bestimmung durch UV-Absorption 305
Hydrargillit, röntgenographische Analyse 206
Hydrastin, papierchromatographische Abtrennung 312
Hydrastinin, papierchromatographische Abtrennung 312
Hydrastininum chloratum, Reinheitsprüfung 312
Hydrastisalkaloide, papierchromatographische Trennung 312
Hydrazin, Bestimmung 457; Titration mit Jodat 361
Hydrazinsulfat, Bestimmung 445, 457
Hydrochinon, Bestimmung in Methylmethacrylat 219
Hydrochinonlösung, zur Bestimmung von Thallium 290
Hydrochinonmonobenzyläther, Bestimmung in Kautschuk 217
Hydrogencarbonat, Bestimmung neben Carbonaten 85
Hydrolisierbare Salze, Bestimmung der freien Säure in Lösungen 449
Hydrophobe Substanzen, papierchromatographische Trennung 122
4-Hydroxy-3-acetylaminophenylarsonsäure, Bestimmung 397
p-Hydroxybenzaldehyd, Bestimmung 371
8-Hydroxychinolin-5-sulfonsäure, Bestimmung 395
8-Hydroxy-7-jodo-5-chinolinsulfonsäure) zur Bestimmung von Al und Fe in Si 297
Hydroxylamin, Reduktionmittel zur Eisenbestimmung 432
Hydroxylapatit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Hydroxyl-Spartein, R_f-Wert 311
Hydroxylupanin, R_f-Wert 311
1-Hydroxy-3-methoxyxanthon zur Fällung von Thorium 452
8-Hydroxynaphthalinazo[1,2′]-1,8-dihydroxy-3,3′6,6′-tetrasulfonsäure, Verwendung 286
1-Hydroxy-2-naphthoesäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
Hydroxynitrochalcone zum Mikronachweis von Erdalkalimetallen 282
1-(3-Hydroxyphenyl)-2-aminoäthanolhydrochlorid, Bestimmung 390
L-1-(3,4-Hydroxyphenyl)-2-aminopropanolhydrochlorid, Bestimmung 390
o-Hydroxyphenylbenzimidazol, Indicator in der Komplexometrie 448
Hydroxyphenylbenzo-γ-pyronderivate, Alkalispaltung als analytische Methode 45
o-Hydroxyphenylbenzoxazol, Indicator in der Komplexometrie 448
2-(o-Hydroxyphenyl)-benzoxazol, Termolyse verschiedener Chelate 283; zur Bestimmung von Cadmium 283
o-Hydroxyphenylbenzthiazol, Indicator in der Komplexometrie 448
1-(4-Hydroxyphenyl)-1-hydroxy-2-n-butylamino-äthansulfat, Bestimmung 397
Hydroxyprolin, Charakterisierung 338
p-Hydroxypropiophenon, Bestimmung 375
Hyoscyamin, R_f-Werte 308
Hypochlorit, Abtrennung 460
Hypochloritlösungen, Bestimmung von aktivem Chlor 67
Hypophosphorsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372

Imperatorin, Bestimmung 377
Indicatoren, Empfindlichkeit und Titrationsfehler 447; Anwendung von Fluorescenzindicatoren bei Neutralisationstitrationen 447; Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen 29; in der Komplexometrie 446; Omega Chromschwarz PPV als Metallindicator 416; PAN zur Bestimmung von Thorium 452
Indium, Fällung mit Arsinsäuren 132; Extraktion als Indiumphenylacetat 455; Bestimmung kleiner Mengen 455; nephelometrische Bestimmung 455; chelatometrische Bestimmung 143; Bestimmung in Zinklegierungen 295; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Sphaleritkonzentraten 144; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157
Indol, colorimetrische Bestimmung 387
Indolderivate, Charakterisierung durch mehrdimensionale Papierchromatographie 341
Insecticide, Bestimmung des γ-Isomeren in hexachlorcyclohexanhaltigen Bädern 222
Ionenaustausch, Trennung von Stoffen sehr ähnlicher Eigenschaften 122
Ionisation, Anwendung der Totalionisation in der Massenspektrometrie 444
Iridium, Trennung von Gold und Osmium 104; Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249

Isatin, Reaktion mit Phenyläthylamin-Derivaten 390
Isoamylamin, Charakterisierung 273
Isoamylen, Bestimmung in Gemischen 462
Isobutylacetat zur Bestimmung von Blei und Wismut in Gußeisen 380
Isobutylamin, thermische Zersetzung von Derivaten 41
Isobutylbromid, gaschromatographische Trennung 120
Isododecyl-acet-amido-dimethylbenzyl-ammonium-chlorid, Bestimmung durch UV-Absorption 305
Isoleucin, Charakterisierung 338
Isolupinin, R_f-Wert 311
Isoniazid, Bestimmung in Blutserum, Plasma und Cerebrospinalflüssigkeit 240; siehe auch Isonicotinsäurehydrazid
Isoniazidtabletten, Untersuchung 37
Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung 36, 240, 303; siehe auch Isoniazid
Isopentan, gaschromatographische Abtrennung 120; Bestimmung in Gemischen 462
Isopren, Bestimmung in Gemischen 462
Isopropylamin, Charakterisierung 273
Isopropylbromid, gaschromatographische Trennung 120
Isorubijervin, oscillographische Charakterisierung 312
L-α-Iso-Spartein, R_f-Wert 311
Isotopen, Trennung mit elektrophoretischen und chromatographischen Methoden 125

Jervin, oscillographische Charakterisierung 312
Jod, zur Cyanidbestimmung 130; Mikrobestimmung 75; amperometrische Bestimmung mit Eisen(II) 130; Bestimmung mit Jodat oder Bromat 130; Bestimmung in Fasermaterial 156; Mikrobestimmung in biologischem Material 75
Jodat, zur Bestimmung von Jod 130; zur Titration von verschiedenen Stoffen 361; Bestimmung 128
7-Jod-8-hydroxychinolin-5-sulfonsäure, bei der Bestimmung von 8-Hydroxychinolin-5-sulfonsäure 395
Jodid, Bestimmung 439; in Gemischen 151
Jodmonochlorid, Verwendung als Katalysator bei der Bestimmung von dreiwertigem Antimon 195
Jodmonochlorid-Maßlösung in der potentiometrischen Analyse 460
Jodrückstände, Aufarbeitung 429
Johannisbrotschrot, Bestimmung von Rohfett 220

Käsezubereitung, Spektralphotometrie bei der Untersuchung von Milch zur Käsezubereitung 155
Kalium, Bestimmung 132; radiometrische Bestimmung 209; Bestimmung als Pikrat 146; Nachweis in Mononatriumphosphat mit Natriumhexanitrokobaltat(III) 450; Bestimmung in Mineralien 206; in pharmazeutischen und medizinischen Präparaten 304; Beeinflussung von Natrium bei der flammenphotometrischen Bestimmung 280; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; auf die Sulfatbestimmung 150; Bestimmung von Quecksilber 284
Kaliumacetat, Titration 450
Kalium-Antimonyltartrat, Bestimmung 445
Kalium-Cadmiumjodid, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Kaliumchromat, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Kaliumhydrogenphthalat, Titration 450
Kaliumjodid, Bestimmung 445
Kaliumlaurat, Titration 450
Kalium-Quecksilberjodid, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Kaliumtrijodid, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Kalk, Bestimmung von freiem in gebranntem Kalk 63
Kalke, Bestimmung von Calcium- und Magnesiumoxyd 60
Kalkstein, Bestimmung von Thallium 258
Kalk-Tonerde-Silicate, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Kaolinit, röntgenographische Analyse 206
Karl-Fischer-Methode, Apparatur zur Bestimmung von Wasser 130
Kationen, Bestimmung 130; papierchromatographische Trennung anorganischer Kationen 441; Bestimmung von Kobalt neben anderen Kationen 369
Kautschuk, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung von Antioxydantien 217
Kesselwasser, Bestimmung von Anionen und der Gesamtacidität 50
Ketone, Nachweis als Semicarbazone 41; Bestimmung mit Thiocarbohydrazid 371
Ketonkörper, Bestimmung in Blut und Urin 224

Ketosäuren, Anwendung von Formaldehyd bei der Vermeidung von Artefacten 374
Knochenschrot, Bestimmung von Rohfett 220
Kobalt, Farbreaktion 447; Fällung mit Arsinsäuren 132; Nachweis 418, 439; Bestimmung kleiner Mengen 369; colorimetrische Bestimmung 152; photometrische Bestimmung als Cyanatkomplex 197; polarometrische Titration 374; Bestimmung von Spuren mit Hilfe von Aluminiumhydroxyd als Sammler 368; Trennung von Nickel 197; Titration in Gegenwart anderer Kationen 369; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Alnicolegierungen 296; Titration in magnetischen Legierungen 369; Bestimmung in Nickel 58; in Silicaten 59; in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Kobalt 185
Kobalt(II), Thermolyse des Chelates 283; Bestimmung neben Eisen(II) 368
Kobaltchlorid, chronopotentiometrische Untersuchung 126
Kobaltcitratkomplex, Untersuchung 180
Kobaltkomplexe, Trennung isomerer Kobaltkomplexe 370
Kobalt-Quecksilbercarbonyl, Analyse 284
Kobalttartratkomplex, Untersuchung 83
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Barbitursäurederivaten 227
Kohle, Bestimmung der flüchtigen Bestandteile 212; von Spuren von Verunreinigungen in Spektralkohlen 437; von Schwefel 212
Kohlendioxyd, Bestimmung in Gasgemischen 48; in Mineralien und Gesteinen 59
Kohlenhydrate, Bestimmung in Gewebe 71
Kohlenhydratkomponenten, Bestimmung in Cerebrospinalliquor 231
Kohlenmonoxyd, Bestimmung im Blut 74
Kohlenreste, Bestimmung in städtischem Müllkompost 70
Kohlenstoff, Bestimmung im Stahl 57; in Stahl und Titan 381; des organischen Kohlenstoffs in Böden und Humusextraten 211; Bestimmung in organischen Substanzen 292; in Koks 212
Kohlenstoff-14-Aktivitäten, Bestimmung in ausgeatmeter Luft 73
Kohlenwasserstoffe, Retentionsverhältnisse und Dampfdruckverhältnisse bei aromatischen Kohlenwasserstoffen 401; Bestimmung gesättigter und ungesättigter Kohlenwasserstoffe 120; Identifizierung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen 386; der höheren n-Alkylgruppen in alicyclischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen 109; bromometrische Bestimmung in Gemischen 462
n-Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in Paraffinen 385
Kohlenwasserstoff-Wachse, Nachweis polycyclischer Aromaten 385
Koks, Bestimmung der flüchtigen Bestandteile 212; von Kohlenstoff und Wasserstoff 212; von Schwefel 212
Kollagen, Elektrophorese von Sehnenkollagen 231
Komplexbildner, neue Komplexone 446
Komplexometrie, neue Indicatoren 446
Komplexometrische Titrationen in der Erzanalyse 60
Kompost, Bestimmung von Kohlenresten in Müllkompost 70
Konserven, Bestimmung von Zinn 154
Konzentrate, Bestimmung von Uran 288
Koproporphyrin, Bestimmung 399
Kraftstoffe, Bestimmung von Bleitetraäthyl 386
Kristallwasser, Bestimmung durch Absorption an Phosphorpentoxyd 449
Kristallzucker, Bestimmung von Wasser 201
Kupfer, Farbreaktion, 417, 447; Reaktion mit 1,2-Cyclodecandioxim 131; analytische Untersuchung mit metallspezifischen Indicatoren 29; Fällung mit Arsinsäuren 132; Komplexbildung mit Amidinen 134; mit Aluminon 134; Maskierung bei der Zinkbestimmung 283; Nachweis 418; Bestimmung 130; 135; colorimetrische Bestimmung 135; 152; Abtrennung 123; als Halogenkomplex 125; Trennung von anderen Metallen 281; Bestimmung in Kupferlegierungen 51; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Alnico-Legierungen 296; in reinstem Uran 348; in Wolframlegierungen 89; im Stahl 439; in Silicaten 59; in Kupfererzen 60; in Salzlösungen 52; in Nickelelektrolyten und Nickeldiäthyldithiophosphat 66; in Boden- und Pflanzen-

proben 68; in Textilfaseraschen 157; in Nährlösungen, Pflanzenmaterial und Nährböden 220; in Kupferoxydasen 80; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 102; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Kupfer 185; von Quecksilber 284; von Nickel in Gegenwart von Kupfer mit Dimethylglyoxim 354
Kupfer(II), Thermolyse des Chelates 283; Trennung von Eisen(III) durch Ionenaustausch 135
Kupfercitratkomplex, Untersuchung 179
Kupfer-Chromlegierungen, Bestimmung von Chrom 294
Kupfererze, Bestimmung von Kupfer und Zink 60
Kupfergruppe, papierelektrophoretische Trennung von der Zinngruppe 123
Kupferlegierungen, Analyse 51; Bestimmung von Blei 293; von Antimon 294; von Nickel 53
Kupfer-Nickel-Chromroheisen, Bestimmung von Nickel in Gegenwart anderer Elemente 359
Kupfer-Nickellegierungen, Bestimmung von Nickel 294
Kupfer-Nickel-Silberlegierungen, Bestimmung von Silber 136
Kupferoxydasen, Bestimmung von Kupfer 80
Kupferron, zur Bestimmung von Uran 454
Kupfersulfatlösungen, Titration von Chlorionen 67
Kupfertartratkomplex, Untersuchung 82

Lärche, Bestimmung von Dihydroquercetin im Holz 390
Lävulinsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Lagerung, Einfluß auf die Bestimmung von Kohlenmonoxyd in Blut 74
Lanthan, Farbreaktion 447; Fällung mit Arsinsäuren 132
Lanthanoxalat, thermische Zersetzung 139; Bestimmung von Praseodym, Neodym und Samarium 286
Lebensmittel, gegenwärtiger Stand der organoleptischen Analyse 200; Bestimmung von α-Amylase 157
Legierungen, Bestimmung von Beryllium 61; von Beryllium neben anderen Elementen 183; von Vanadium 299; von Kobalt 369; von Pt, Ru, Os 303
Leinkuchen, Bestimmung von Rohfett 220
Lepidolith, Bestimmung von Thallium 258
Letternmetall, Bestimmung von Nickel in Gegenwart von anderen Metallen 359
Leucin, Charakterisierung 338
Lipoide, Bestimmung der Gesamtlipoide 71; von Phosphor 444
Lipoidphosphor, Bestimmung im Gewebe 71
Liquor, Brauchbarkeit verschiedener Eiweißbestimmungsmethoden 229
Lithium, Trennung von Natrium 280; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351
Lithiumglas, Bestimmung von Thallium 258
Lobelin, R_f-Werte 308
Lomidin, Titration 450
Longifène, Bestimmung 391
Lost, Bestimmung neben Sesquimustard 463
N-Lost-Derivate des Benzochinons, polarographische Untersuchung 236
Luft, Bestimmung von ^{14}C-Aktivitäten in ausgeatmeter Luft 73; von Ozon in Raumluft 20
D-Lupanin, R_f-Wert 311
L-Lupinin, R_f-Wert 311
3,5-Lutidin, Bestimmung der Reinheit 47
Lysin, Charakterisierung 338

Magnesium, Farbreaktion 417; Nachweis 418; Bestimmung 132, 420; als Oxinat 138; Bestimmung neben Calcium 137; Bestimmung in Gemischen mit Zink oder Cadmium 138; Bestimmung in Titan 378; in Silicaten 59; in Dolomit 207; in pharmazeutischen und medizinischen Präparaten 304; im Urin 71; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Palladium 103; 249; Bestimmung von Beryllium neben Magnesium 185; von Quecksilber 284
Magnesiumacetat als Urtitersubstanz 131
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Aluminium 54
Magnesiumoxyd, Bestimmung in Kalken und Dolomiten 60
Magnesiumsulfat als Urtitersubstanz 131
Magnetlegierungen, Titration von Kobalt 369; Bestimmung von Nickel in Gegenwart von anderen Metallen 359

Maleinsäureanhydrid-Rosin-Harz, IR-Spektrum 223
Maleinylhydrazid-Rückstände, Bestimmung auf Pflanzenmaterial 216
Maltose, R_f-Wert 43
Mangan, Farbreaktion 417; Fällung mit Arsinsäuren 132; Nachweis 418, 439; Bestimmung 128, 420; in Kupferlegierungen 51; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Titan 379; in Titanlegierungen 379; im Stahl 439; in Gußeisen 57; in Ferromangan und wolframhaltigen Werkzeugstählen 382; in Silicaten 59; des „pflanzenverfügbaren Mangans" im Boden 69; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Mangan 185; von Quecksilber 284; von Blei in Elektrolytmangan und Ferromangan 301
Manganbronze, Bestimmung von Nickel in Gegenwart von Kupfer 359
Manganoxyde, Bestimmung höherer Manganoxyde 291
Manila-Kopal, IR-Spektrum 223
Mannit, R_f-Wert 43; Bestimmung im Blut 233
Massenspektrometrie zur Untersuchung der Trennleistung chromathermographischer Geräte 120; Prinzipien der totalen Ionisation 444
Matrin, R_f-Wert 311
Mayonnaisen, Fettbestimmung 155
Medizin, Verwendung von Äthylendiamintetraessigsäure 304
Mehrkanal-Spektrometer, zum Pillen-Abfunkverfahren nichtmetallischer Proben 438
Melassemischfutter, Bestimmung von Rohfett 220
Melibiose, Bestimmung in Pflanzenmaterial 216
Menschenblut, siehe Blut
Menthol, Bestimmung 40
Mercaptane, Maskierung bei der Bestimmung von Disulfiden 384; gaschromatographische Trennung 121
Mercaptobenzthiazol, analytisches Reagens 453
Mescalinchlorhydrat, Titration 450
Mesitylen, Retentionsverhältnisse und Siedepunkt 402; Bestimmung in s-Collidin 47
Messing, Bestimmung von Zink 52; Bestimmung von Nickel in Gegenwart anderer Elemente 359
Messingproben, Bestimmung von Zink 52
Meßwerte, Rechenprogramm emissionsspektographischer Meßwerte 436
Mesulfan, Bestimmung an Früchten 205
Metallcitratkomplexe, chromatographische Untersuchung 179
Metalle, Bestimmung von Wasserstoff 293; Mikrobestimmung von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff 379; Abtrennung von Kupfer 281; des Quecksilbers 284; Bestimmung von Thallium 258
Metallfällung mit Mono- und Dimethylarsinsäure 132
Metall-8-hydroxychinolinverbindungen, Verteilung zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 161
Metallindicatoren, Verwendung von Omega Chromschwarz PPV 416
Metallionen, oscillopolarographische Untersuchung 129
Metalltartratkomplexe, chromatographische Untersuchung 81
Methämoglobin, Einfluß auf die Kohlenoxydbestimmung in Blut 74
Methionin, Charakterisierung 338
Methylamin, thermische Zersetzung von Derivaten 40
Methylamindiessigsäure, als neuer Komplexbildner 446
Methylamine, Bestimmung in Gemischen 145
Methylcumarin, Bestimmung 377
Methylcyclohexan, Untersuchung 112
o-Methylcyclohexanon, bei der Trennung von Uran und Thorium 288
Methylcyclopentan, gaschromatographische Abtrennung 120
Methylester der N-Methyltetrahydropyridin-β-carbonsäure, Bestimmung 397
N-Methylgruppen, Submikrobestimmung 463; Bestimmung von Alkoxylgruppen neben N-Methylgruppen 463
Methylhydrazoniumsulfat, Bestimmung 457
Methylmethacrylat, Bestimmung von Hydrochinon 219
N^1-Methylnicotinamid, Bestimmung im Urin 239
Methylpentan, gaschromatographische Abtrennung 120
17-Methyl-Spartein, R_f-Wert 311
Methylsulfon-N-trichlormethylsulfenyl-4-chloranilid, Bestimmung an Früchten 205

N-Methyltetrahydropyridin-β-carbonsäure, Bestimmung des Methylesters 397
S-Methylthioharnstoffsulfat zur gewichtsanalytischen Bestimmung von Silber 136
Methylumbelliferon, Bestimmung 377
Mikroanalyse, Überblick über die Entwicklung der organischen Mikroanalyse 38, 461; Endpunktsbestimmung 442
Mikrochemische Bestimmungen, Registriercolorimeter 133
Mikroorganismen, Bestimmung von Riboflavin, Flavinmononucleotid und Flavin-adenindinucleotid 400
Mikroskop, chemisches Experimentieren 133
Milch, Analyse von Frauenmilch 77
Milchprodukte, spektralphotometrische Untersuchung 155
Milchpulver, Bestimmung von Rohfett 220
Milchsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372
Milchzucker, zur Bestimmung von Tellurit 459
Mineralbestandteile, Bestimmung in Schlacken und feuerfesten Systemen 62
Mineralien, Bestimmung von Natrium und Kalium 206; von Beryllium 61, 183; von Gallium 208; von Kohlendioxyd und Wasser 59
Mineralöl-Kohlenwasserstoffe, Identifizierung 386
Mittelstiftelektroden zur Analyse von Stahllösungen 439
Mohnalkaloide, photometrische Bestimmung 313
Mohnkapseln, Nachweis von Morphin und Opium neben Alkaloiden 314; Bestimmung von Codein, Narcotin und Thebain 315
Molybdän, Trennung von Rhenium 364; Bestimmung in Gegenwart von Nickel 300; Bestimmung in zusammengesetzten Proben 29; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Titanlegierungen 379; im Stahl 439; in Gußeisen 57; in Wolframerzen, Ferrowolfram und Rohwolframsäure 60; in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351
Molybdat, Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Molybdatooxinphosphat, Thermolyse 134
Monazite, Bestimmung von Thorium 208
Monazitsand, Bestimmung und Trennung der Seltenen Erden 58
Monobromalkane, gaschromatographische Trennung 120
Monochloressigsäure, Abtrennung aus Gemischen 373
Monomethylamin, Bestimmung 146
Monomethylarsinsäure für Metallfällungen 132
Mononatriumphosphat, Nachweis von Kalium 450
Mononitro-p-toluidine, papierchromatographische Trennung der isomeren 375
Monophosphat, R_f-Werte 148; Bestimmung von Diphosphat 147
Monosaccharide, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 42; Bestimmung in grünen Pflanzen und Früchten 321
Monothiaminphosphorsäureester, Bestimmung 203
Morphin, Bestimmung 314; R_f-Werte 308; Nachweis in Opium 314
Morpholin, IR-Spektrum 223; Charakterisierung 274; Nachweis 317
Morpholin-Carnaubaoleat, IR-Spektrum 223
Morpholiniumchlorid, IR-Spektrum 223
Morpholin-Schellack-Emulgator, IR-Spektrum 223
Mucopolysaccharide, Fällung mit Toluidinblau 234
Mucoproteine, Isolierung aus Cerebrospinalliquor 231
Müllkompost, Bestimmung von Kohlenresten 70
Mullit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Mustard, Bestimmung von Sesquimustard neben Mustard 463
Mutterkornalkaloide, Trennung hydrierten Mutterkornalkaloide 316
Mutterkornhaltige Zubereitungen, Analyse 316

Nährböden, Bestimmung von Kupfer 220
Nährlösungen, colorimetrische Bestimmung von Kupfer 220
Napfelektrode zur spektralanalytischen Untersuchung von Schlacken 438
Naphtha, Bestimmung von Halogenen 386
Naphthalin, Bestimmung 375
Naphthalindisulfonsäure-Gemische, Bestimmung der 2,6- und 2,7-Disulfonsäuren nebeneinander 376

Naphthalindisulfonsäuren, Bestimmung in Nickelelektrolyten 376
Naphthol, Bestimmung 40
β-Naphthollösung zur fluorimetrischen Bestimmung von Äpfelsäure 42
β-Naphtholsulfonsäuren, bromatometrische Bestimmung 45
β-Naphthoxyessigsäure, Identifizierung und Nachweis 318
α-Naphthylamin, thermische Zersetzung von Derivaten 41
Naphthylamine, Charakterisierung 273
Narcein, Bestimmung 314
Narcotin, Bestimmung 314; Bestimmung in Mohnkapseln 315
Narcotolin, Bestimmung 313
Natrium, Bestimmung 132; Trennung von Lithium 280; Bestimmung in Mineralien 206; in Aluminiumoxyden 206; in pharmazeutischen und medizinischen Präparaten 304; Beeinflussung von Kalium bei der flammenphotometrischen Bestimmung 280; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; auf die Sulfatbestimmung 150; Bestimmung von Quecksilber 284
Natriumacetat, Titration 450
Natrium-p-aminosalicylat, zur Bestimmung von Blei 456; von Kobalt und Kupfer 152
Natriumdithionit, polarographische Untersuchung 148
Natriumhexanitrokobaltat (III) zum Nachweis von Kalium 450
Natriumhypochlorit als oxydierende Maßflüssigkeit 445
Natriummetall, Bestimmung von Sauerstoff 293
Natriumoleat, IR-Spektrum 223
Natriumphosphat, Nachweis von Kalium in Mononatriumphosphat 450
Natriumsalicylat, Titration 450
Natriumsulfit, Bestimmung 445
Naturstoffgemische, Charakterisierung durch simultane mehrdimensionale Papierchromatographie 337
Nemural, Bestimmung 397
Neodym, Absorptionsspektrum 139; Bestimmung in Lanthanoxalat 286
Neutralisationstritrationen, Anwendung von Fluorescenzindicatoren 447
Nichtmetalle, Pillen-Abfunkverfahren mit einem Mehrkanal-Spektrometer 438
Nichtwäßrige Lösungen, polarographische Analysen in nichtwäßrigen Lösungen 129
Nickel, Farbreaktion 417, 447; analytische Untersuchung mit metallspezifischen Indicatoren 29; Fällung mit Arsinsäuren 132; Thermolyse des Chelates 283; Nachweis 418, 439; Bestimmung 135, 420; Trennung von Kobalt 197; gravimetrische Bestimmung mit Dimethylglyoxim in Gegenwart von Kupfer 354; Bestimmung in Kupferlegierungen 51, 53; in Kupfer-Nickellegierungen 294; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Alnico-Legierungen 296; in Titanlegierungen 379; in Wolframlegierungen 88; im Stahl 439; in Gußeisen 57; Reinheitsprüfung von metallischem Nickel 302; Analyse des in Nickeloxyd eingeschlossenen Nickels 105; Bestimmung in Silicaten 59; in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Nickel 185; von Quecksilber 284; kleinster Chromgehalte 302; von Molybdän und Wolfram 300; von Kobalt und Cadmium 58
Nickelcitratkomplex, Untersuchung 180
Nickeldiäthyldithiophosphat, zur Bestimmung von Kupfer in Nickelelektrolyten 66
Nickelelektrolyten, Bestimmung von Kupfer 66; von Naphthalindisulfonsäuren 376
Nickel-Kupferlegierungen, Bestimmung von Nickel 294; von Nickel in Gegenwart von anderen Metallen 359
Nickeloxyd, Bestimmung des eingeschlossenen Nickels 105
Nickelsalze, Bestimmung der freien Säure in Lösungen 449
Nickel-Silber-Kupferlegierungen, Bestimmung von Silber 136
Nickeltartratkomplex, Untersuchung 82
Nicotinsäurediphenyläthylamid, Bestimmung 303
Niob, Spektrophotometrische Bestimmung von Mikromengen 458; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Bestimmung von Tantal neben Niob 16, 300
Niob-Uran-Titan-Legierungen, Bestimmung von Niob 459
p-Nitranilin, Reaktion von diazotiertem p-Nitranilin mit Antimalariamitteln 389

Nitrate, Bestimmung 146, 439; in Wasser 424; in Flourwasserstoffeisenbeize 65; im Boden 68; Einfluß auf die Sulfatbestimmung 150
Nitratstickstoff, Bestimmung in Pflanzen 215.
Nitriermittel für organische Verbindungen, Bestimmung des Bedarfes für analytische Zwecke 275
Nitrit, Bestimmung in Fluorwasserstoffeisenbeize 65; Bestimmung im Urin 78
Nitroaminotoluole, Charakterisierung 273
Nitroanilin, Untersuchung der Reduktion 127; Charakterisierung 273
p-Nitrobenzaldehyd, Bestimmung des 1,1-Dimethylhydrazons 457
Nitrobenzol, Bestimmung von Porphyrinen 398
Nitrocellulose, Bestimmung des Schwefelsäureestergehaltes in unstabilisierter Nitrocellulose 159
Nitroguanidin, Untersuchung der Reduktion 127
5-Nitrosalicylsäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
Nitrosoguanidin, Untersuchung der Reduktion 127
α-Nitroso-β-naphthol, zur Bestimmung von Tyrosin 41
Nitro-p-toluidine, Bestimmung 375
Nonanal, Bestimmung 371
Nopcocide K, Bestimmung durch UV-Absorption 305
Noradrenalin, Bestimmung in Plasma von Menschen- und Hundeblut 234
L-Noradrenalin-D-bitartrat, Bestimmung 390
Norepinephrin, Bestimmung im Plasma von Menschen- und Hundeblut 234
Novadral, Bestimmung 390
Nucleinsäuren, Bestimmung im Gewebe 71, 319

Oberflächenaktive Stoffe, Trennung nicht ionogener und anionischer oberflächenaktiver Stoffe 223
Obstkonserven, Bestimmung von Zinn 154
Octanal, Bestimmung 371
Öl, Bestimmung in Raffinerieabwässern 50
Oligophrenia phenylpyruvica, Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure im Harn 227
Oligosaccharide, Bestimmung in grünen Pflanzen und Früchten 321
Opium, Untersuchung 314
Opium-Nebenalkaloide, Nachweis von Morphin 314
Organische Basen, mikrochemischer Nachweis 317
Organische Lösungsmittel, Verteilung von Metall-8-hydroxychinolinverbindungen zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 161
Organische Säuren, analytische Chemie 11; analytische Verwendungen 343; papierchromatographische Trennung der Calciumsalze 372; Trennung und Isolierung in Urin 225
Organische Verbindungen, Bestimmung des Bedarfes an Nitriermittel für analytische Zwecke 275; Analyse hochmolekularer silico-organischer Verbindungen 461; Störung bei der Bestimmung des Tritiumgehaltes 291; Bestimmung von C und H 292
Organoleptische Analyse von Lebensmitteln 200
Orthophosphat, Abtrennung 78; Bestimmung von Pyrophosphat 147
Osmium, Trennung von Gold und Iridium 104; Bestimmung in Legierungen 303; Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Ouabain, Bestimmung 306
Oxalate, thermische Zersetzung einiger Oxalate 139; arsenometrische Bestimmung 374
Oxaldihydrazid, zur Bestimmung von kleinen Mengen Kupfer in reinstem Uran 348
Oxalsäure, Titration mit Silber (II)-Ionen 126
Oxin zur Extraktion von Uran 141
Oxinate, Verteilung zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 161; von Aluminium und Magnesium, Bestimmung 138
Oxinkomplexe von Gold (III) und Titan (III), Darstellung 281
Oxin-Molybdatophosphat, Thermolyse 134
Oxirane, Identifizierung 377
17-Oxo-Spartein, R_f-Wert 311
Oxypeceudanin, Bestimmung 377
Oxytetracyclin, Bestimmung 397
Ozon, Bestimmung in Raumluft 20

Palladium, Reaktion mit 1,2-Cyclodecandioxim 131; Bestimmung 445; gravimetrische Bestimmung mit Chinolinsäure 247; Bestimmung mit Bismuthiol I 100; Nachweis in Alumini-

umlegierungen 54; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Bestimmung von Wismut 102
PAN, zur Bestimmung von Thallium 456; zur komplexometrischen Thoriumbestimmung 452
Papaveraldin, polarographisches Verhalten 311
Papaverin, Bestimmung 314, 318; R_f-Werte 308
Papierchromatographie, Beiträge zur Ringpapierchromatographie 1; Trennung hydrophober Substanzen auf Celluloseesterpapier 122; zur Charakterisierung von komplizierten Naturstoffgemischen 337; Apparate zur Aufgabe von Proben auf Papierstreifen 122; siehe auch Fällungspapierchromatographie
Papierelektrophorese zur Trennung der Kupfer- und Zinngruppe 123; zur Trennung von Halogenkomplexen verschiedener Metalle 125
Paprikamahlgut, Bestimmung von Farbstoffen 156
PAR, Bestimmung von Molybdän und Wolfram 29
Paraffine, Bestimmung von n-Kohlenwasserstoffen 385
Pechblende, Bestimmung von Uran 288
Pektin, Bestimmung in Pflanzen 217
Pentadecylamin, Charakterisierung 273
3,3′,4′,5,7-Pentahydroxyflavanon, Bestimmung 390
n-Pentan, gaschromatographische Abtrennung 120
Perchlorat, Nachweis 367; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351
Perjodat, Bestimmung 367; Bestimmung neben Bromat 32
Petalit, Bestimmung von Thallium 258
Pethidin, Titration 450
Petrolätherfraktion, Untersuchung im Braunkohlenteer 214
Petroleum, IR-Spektrum von Petroleumwachs 223
Petroleumdestillate, Bestimmung von Pyrrol, Indol und ihren Homologen 387
Petroleumnaphtha, Untersuchungen von Schwefelverbindungen 385
Petroleumprodukte, Bestimmung von Halogenen 386
Pflanzen, Bestimmung des Nitratstickstoffs 215; von Pektin 217; von Mono- und Oligosacchariden in grünen Pflanzen und Früchten 321
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Kupfer 220; des radioaktiven Phosphors 216; von Rückständen von Maleinylhydrazid 216; von Raffinose und Melibiose 216
Pflanzenproben, Bestimmung des Stickstoff-, Chlor- und Kupfergehaltes 68
„Pflanzenverfügbares Mangan", Bestimmung im Boden 69
Pflanzenwirksame Phosphorsäure, Bestimmung in Rohphosphaten 69
Pflanzliche Gewebe, Verteilung einzelner einfacher Stoffe 215
p_H-Messung, Grundlagen der Messung im Blut 70
p_H-Wert, Messung während einer spektralphotometrischen Bestimmung 119; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 71; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 247
Pharmaceutica, Bestimmung der Reinheit von Vitamin B_{12} 204
Pharmazeutische Präparate, Bestimmung von Tropaalkaloiden 310
Pharmazeutische Spezialpräparate, Bestimmung von Thiaminphosphorsäureestern 203
Pharmazie, Verwendung von Äthylendiamintetraessigsäure 304
Phemerol, Bestimmung mittels der UV-Absorptionspektren 305
Phenacethydrazid, Bestimmung 457
Phenacetin, Bestimmung 307
Phenerid, Bestimmung durch UV-Absorption 305
p-Phenetidin, Charakterisierung 273
Phenobarbital, Abtrennung 392
Phenole, Bestimmung 40
Phenol-Terpenharz, IR-Spektrum 223
β-Phenoxy-äthyl-dimethyl-dodecylammoniumbromid, Bestimmung durch UV-Absorption 305
Phenoxyessigsäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
β-Phenyläthylamin, Bestimmung 390
Phenyläthylaminderivate, Nachweis auf Papierchromatogrammen 390
Phenylalanin, Charakterisierung 338
1-Phenyl-2-aminoäthanolsulfat, Bestimmung 390
Phenylbrenztraubensäure, Bestimmung im Harn 227
Phenyldimethylpyrazolon, Bestimmung 307
Phenylendiamin, Charakterisierung 274
o-Phenylendiamin, thermische Zersetzung von Derivaten 41
o-Phenylendihydrooxydiessigsäure zur Bestimmung von Zirkonium 11, 343
Phenylglycidyläther, Identifizierung 377

Phenylglycin-o-carbonsäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
Phenylpropionsäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
Phenylsemicarbazid, Bestimmung 307
17-Phenyl-Spartein, R_f-Wert 311
Phosphat, Bestimmung von anorganischem Phosphat 132; Trennung von Polyphosphaten 148; Bestimmung in Handelsabwässern 49; in Kesselwasser 50; in Urankonzentraten und -lösungen 209; in pharmazeutischen und medizinischen Präparaten 304; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Phosphatide, Bestimmung des Aminostickstoffs in nicht hydrolysierten Phosphatiden 318
Phosphor, Bestimmung im Stahl 57; in Stahl und Schlacken 382; in Fasermaterial 157; des radioaktiven Phosphors in Pflanzenmaterial 216; in Adenylnucleotiden 320; Bestimmung von Lipoidphosphor 444
Phosphorpentoxyd, zur Kristallwasserbestimmung 449
Phosphorsäure, R_f-Werte des Calciumsalzes 372; Bestimmung der pflanzenwirksamen Phosphorsäure in Rohphosphaten 69
Phosphorsäureester, Untersuchung in Erythrocyten Geisteskranker 74
Phylloerythrin, Bestimmung in Blut 239
Physikalisch-chemische Messungen mit Hochfrequenzgerät 131
α-Picolin, Fällung 317
Picoline, Bestimmung 47; Bestimmung der Verunreinigungen 47
Pikrate, zur Bestimmung von NH_4, K, Rb, Cs und Tl 146
Pikrinsäure, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Pikrolonsäure, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Pillen-Abfunkverfahren zur spektrochemischen Analyse nichtmetallischer Proben 438
Pilocarpin, Bestimmung von Tetraphenyloborat 311
Pinakolin, Bestimmung 375
Pinakon-Acetonverbindungen, Bestimmung 375
Piperazin, Bestimmung als Reineckat 393
Piperidin, Charakterisierung 274; Nachweis 317
Piperidinomethylcyclohexanon, Reinheitsprüfung und Gehaltsbestimmung 396
2-(N-Piperidyl)-methylcyclohexanonchlorhydrat, Reinheitsprüfung und Gehaltsbestimmung 396
Piperonal, Bestimmung 371
Plasma, Bestimmung von Tyrosin 228; von Adrenalin und Noradrenalin 234; von Isoniazid 240
Plasmal, Genauigkeit der Bestimmungsmethode von freiem Plasmal 226; Bestimmung neben Plasmalogen 226; Trennung von Plasmalogen 227
Plasmalogen, Trennung von Plasmal 227; Bestimmung von Plasmal neben Plasmalogen 226
Platin, Bestimmung in Legierungen 303; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 249
Platin-Aluminiumoxyd-Katalysatoren, Arsenbestimmung 211
Platinchlorid, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Polarographie, Grundzüge der Theorie der „Square wave"-Polarographie 442; Gestalt und Abhängigkeit von Polarogrammen bei steigendem Strom fluß 128; Arbeiten an rotierenden Quecksilbertropfelektroden 128; rotierende Quecksilbertropfelektrode zur Analyse von Mischungen elektroaktiver Substanzen 128; Anwendung von Propangas zur Entlüftung 442; Verfahren in nichtwäßrigen Lösungen 129; oscillographische Methoden zur Untersuchung des Einflusses von Sauerstoff auf den maximalen Entladungsstrom der Depolarisatoren 129; oscillopolarographische Untersuchung von Metallionen 129
Poliermittel, Infrarotspektren der emulgierten Bestandteile 223
Polyäthylenwachs, IR-Spektrum 223
Polyäthylester, Bestimmung des Äthylestergehaltes in Copolymeren 218
Polyhalocyclopentadiene, chemisches Verhalten 278
Polymethylmethacrylate, Bestimmung des Äthylestergehaltes von Copolymeren 218
Polynucleotide, Bestimmung des Molekulargewichts niederer Polynucleotide 319
Polyphosphate, papierchromatographische Trennung 148
Porphyrine, papierelektrophoretische Trennung 399; Bestimmung in Nitrobenzol 398
Postafène, Bestimmung 391

Potentiometrie, grundsätzliche Zusammenhänge bei der Potentiometrie mit konstantem Strom 125; Endpunktsbestimmung der potentiometrischen Mikroanalysen 442
Potentiostatisch-coulometrische Analyse im Milligrammaßstab 127
Praseodym, Absorptionsspektrum 139; Bestimmung in Lanthanoxalat 286
Pro-Banthin, Bestimmung 391
Procain, Titration mit salpetriger Säure 391
Prolin, Charakterisierung 338
Propangas zur Entlüftung von Lösungen in der Polarographie 442
Propoxycain, Titration mit salpetriger Säure 391
n-Propylamin, Charakterisierung 273; thermische Zersetzung von Derivaten 40
n-Propylbenzol, Untersuchung 112
n-Propylbromid, gaschromatographische Trennung 120
n-Propylcyclohexan, Untersuchung 112
1-n-Propylcyclohexen, Untersuchung 112
17-Propyl-Spartein, R_f-Wert 311
Proteine, Zonenelektrophorese 230; im Serum 230
Proteinstickstoff, Bestimmung in Geweben 71
Prothrombin, Schnellbestimmung in Blut 238; in Frischblut 238
Protocevin, oscillographische Charakterisierung 312
Protoporphyrin, Bestimmung 399
Protoveratridin, oscillographische Charakterisierung 312
Protoveratrin, oscillographische Charakterisierung 312
Pseudocumol, Retentionsverhältnisse und Siedepunkt 402
Pseudojervin, oscillographische Charakterisierung 312
Psoralen, Bestimmung 377
Pteroyltriglutaminsäure, Bestimmung 304
Pulver, Verwendung von einer Bogenlampe bei der Emissionsspektralanalyse 436
Purine, papierchromatographische Bestimmung 47
Pyrazindicarbonsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 47
Pyrazine, Trennung basischer Pyrazine 47
Pyrazinmonocarbonsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 47
Pyrazintetracarbonsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 47
Pyrazintricarbonsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 47
Pyribenzamin, Bestimmung 391
Pyridin, Fällung 317; Nachweis 317; Stickstoffbestimmung nach KJELDAHL in einigen Derivaten 292
1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol, Indicator bei komplexometrischen Titrationen 135; Indicator zur komplexometrischen Thoriumbestimmung 452; zur Bestimmung von Thallium 456
Pyridyl-azo-resorcin, Indicator bei Bestimmung von Molybdän und Wolfram 29
Pyrogallol, Bestimmung von 3,4-Dihydroxybenzoesäure, Coffeinsäure und Gallussäure 235
Pyrolusit, Bestimmung von Thallium 258
Pyrophosphat, Abtrennung 78; Bestimmung in Orthophosphat 147
Pyrrol, colorimetrische Bestimmung 387

Quecksilber, Farbreaktion 417, 447; Abtrennung 123; als Halogenkomplex 125; Trennung von anderen Metallen 284; von Silber und Blei 104; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Fasermaterial 157; in Textilfaseraschen 157; in pharmazeutischen und medizinischen Stoffen 304; im Urin 72; Einfluß auf die Bestimmung von Wismut 102; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Palladiumbestimmung 104, 249
Quecksilber(II), Bestimmung 128
Quecksilber(I)-chlorid, Bestimmung 445
Quecksilber(II)-ionen, Bestimmung 145
Quecksilber-Kobaltcarbonyl, Analyse 284
Quecksilbertropfelektroden, Polarographie an rotierenden Quecksilbertropfelektroden 128

Radium, radiometrische Bestimmung 209
Raffinerieabwässer, Bestimmung von Öl 50
Raffinose, Bestimmung in Pflanzenmaterial 216
Rattenleber, Bestimmung des Aminostickstoffs in den Phosphatiden frischer Rattenleber 319
Raumluft, Bestimmung von Ozon 20
Redoxtitrationen, amperometrische Durchführung 130

Registriercolorimeter für mikrochemische Bestimmungen 133
Reifen-Reyon, Bestimmung der Feuchtigkeit in großen Aufmachungseinheiten 159
Reinstaluminium, Spurenanalyse 54
Reinstzink, Bestimmung von Blei 295
Rescinnamin, Abtrennung 317
Reserpin, Abtrennung 317
Reserpsäure, Abtrennung 317
Resorcin, Bestimmung 40
β-Resorcylaldehyd, Bestimmung 371
Reststickstoff, siehe Stickstoff
Retentionsverhältnisse, Beziehungen zu den Dampfdruckverhältnissen 401
Reyon, Bestimmung von Feuchtigkeit in großen Aufmachungseinheiten von Reifen-Reyon 159
Reyongarn, Bestimmung von Schwefel 159
R_H-Wert, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 71
Rhenium, Trennung von Molybdän 364
Rhodanid, Titration mit Jodat 361; Bestimmung von Schwefel 60; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; siehe auch Thiocyanat
Rhodanidionen, Bestimmung 145
Rhodium, Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 249
Riboflavin, Bestimmung in Geweben oder Mikroorganismen 400
D-Ribose, R_f-Wert 43
Rimifontabletten, Untersuchung 37
Rinderhirn, Bestimmung des Aminostickstoffs in nicht hydrolisierten Phosphatiden 319
Ringpapierchromatographie, Durchführung 1
Rohbenzol, Bestimmung von Benzol in höheren Fraktionen 214; von Thiophen und Schwefelkohlenstoff 214
Roheisen, Bestimmung der Begleitelemente 380
Rohfett, Bestimmung 220
Rohphosphate, Bestimmung der pflanzenwirksamen Phosphorsäure 69
Rohwolframsäure, Bestimmung von Molybdän 60
Rohzink, Bestimmung von Thallium 259
Rongalit, Bestimmung 371
Rosin-Maleinsäureanhydrid-Harz, IR-Spektrum 223
Rubeanwasserstoff, Bestimmung 374
Rubidium, Bestimmung 281; als Pikrat 146; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351
Rubijervin, oscillographische Charakterisierung 312
Ruthenium, Destillation von trägerfreiem Ruthenium 370; Bestimmung in Legierungen 303; Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249

Saccharide, Untersuchung der Verteilung in pflanzlichen Geweben 215; papierchromatographische Bestimmung von Mono- und Oligosacchariden in grünen Pflanzen und Früchten 321
Säure-Basen-Haushalt, Bestimmung im Blut 224
Säuren, papierchromatographische Trennung der Calciumsalze anorganischer und organischer Säuren 372; chromatographische Untersuchung wasserdampfflüchtiger Säuren in Zigarettenrauch 219; Bestimmung der freien Säure in hydrolysierbaren Salzen 449
Saigerblei, Bestimmung von Thallium 259
Salicylaldehyd, Bestimmung 371; zur Bestimmung von Ketonkörpern in Blut und Urin 225
Salicylaldehydacetylhydrazon, Indicator in der Komplexometrie 448
Salicylaldehydsemicarbazon, Indicator in der Komplexometrie 448
Salicylaldehydthiosemicarbazon, Indicator in der Komplexometrie 448
Salicylazosulfanilamidopyridin Bestimmung 303
Salophen, Bestimmung der Acetylgruppe 304
Salpetersäure, Bestimmung von Verunreinigungen 439
Salze, Bestimmung der freien Säure in Lösungen hydrolisierbarer Salze 449
Salzlösungen, Bestimmung von Kupfer und Zink 52
Salzsäure, Bestimmung von Verunreinigungen 439
Samarium, Absorptionsspektrum 139; Bestimmung in Lanthanoxalat 286
Santoninbestimmung in verschiedenen Teilen der Artemisia martima L., 304
Saponin, Bestimmung durch Saponinhämolyse 389
Saponinhämolyse bei der Bestimmung von Saponin 389
Sauerstoff, Bestimmung der Strömungsgeschwindigkeit bei der Bestimmung von Kohlenstoff im Stahl 57; Untersuchung des Einflusses auf Depolarisatoren in der Polarographie 129; Bestimmung des Isotopenverhältnisses in Wasser 49; Bestimmung in

Natriummetall 293; in Beryllium 294; in Titan und anderen Metallen 379; in Titan und Titanlegierungen 378; in Zirkoniummetall 299
Sauerstoff-Halogen-Derivate von Pyridin, Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 292
Scandiumoxalat, Zersetzung 139
Schellack-Morpholin-Emulgator, IR-Spektrum 223
Schiefer, Bestimmung von Thallium 258
Schlacken, spektrographische Analyse 438; Bestimmung von Mineralbestandteilen 62; von Phosphor in basischen Schlacken 382
Schmalz, Nachweis von raffiniertem Schmalz in reinem Schmalz 153
Schmelzfluß, chronopotentiometrische Messungen 125
Schmierfette, Analyse seifenverdickter Schmierfette 388
Schmieröl, Unterscheidung von gebrauchtem und frischem Schmieröl 388
Schwefel, Nachweis von Spuren 362; Bestimmung in verschiedenen technischen Produkten 60; in Kupferlegierungen 51; in Kohle und Koks 212; in Reyongarn 159
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung in Rohbenzol 214
Schwefelsäureester, Bestimmung in unstabilisierter Nitrocellulose 159
Schwefelverbindungen, Gasverteilungschromatographie organischer Schwefelverbindungen 121; Bestimmung in Petroleumnaphtha 385
Schweineschmalz, Nachweis der Alkaliraffination von verdorbenem Schweineschmalz 153
Schwermetallsalze, γ-Absorptiometer zur Bestimmung der Konzentration 66
Scintillationsverfahren, Flüssigkeitskammer zur Messung flüssiger Proben 443
Secale-Alkaloide, R_f-Werte 308
Sedimentationsanalyse, Anwendungen 132, 444
Sehnenkollagen, Elektrophorese 231
Seifenverdickte Schmierfette, chromatographische Analyse 388
Selen, Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Stäuben der Bleiproduktion 64; in Textilfaseraschen 157
Selendioxyd, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Selenharnstoff, Anwendung in der analytischen Chemie 444
Seltene Erden, thermische Zersetzung von Oxalaten 139; Absorptionsspektren einiger Chloride 139; papierelektrophoretische Trennung 451; Trennung und Bestimmung mit ÄDTA 286; papierelektrophoretische Trennung und Bestimmung in Monazitsand 58; Einfluß auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103; Kontrolle des Gehaltes von Uran und Thorium 296
Semicarbazone zum Nachweis von Aldehyden und Ketonen 41
Sensorische Analyse von Lebensmitteln 200
Serin, Charakterisierung 338
Serpentin, Abtrennung 317
Serum, Bestimmung verschiedener Metalle 132; von Stickstoff 132; von anorganischem Phosphat 132; von Chlorid 365; von Eisen 76; Zonenelektrophorese der Proteine 230; Bestimmung von Lipoidphosphor, Gesamteiweiß, Reststickstoff und Harnstoff 444; von Sulfobromphthalein 235
Seselin, Bestimmung 377
Sesquimustard, Bestimmung in Anwesenheit von Mustard 463
Sexualhormone, papierchromatographische Trennung 122
Silber, Fällung mit Arsinsäuren 132; colorimetrische Bestimmung 451; gewichtsanalytische Bestimmung 136; Bestimmung mit Brombenztriazol 136; Trennung von Blei und Quecksilber 104; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; in Braunsteinproben 253; in Silicaten 59; in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Wismut 102; auf die Palladiumbestimmung 104, 249
Silber-Kupfer-Nickellegierungen, Bestimmung von Silber 136
Silberpermanganat, Katalysator bei der Bestimmung von C und H in organischen Substanzen 292
Silicate, Bestimmung verschiedener Metalle 59; von Barium 59; Einfluß auf die Sulfatbestimmung 150
Silicatgesteine, Spektralanalyse 59
Silicatprodukte, Bestimmung von freiem Kalk 63
Silicium, Bestimmung im Stahl 439; in Gußeisen 57; Bestimmung von Aluminium und Eisen 297
Silicocarnotite, infrarotspektroskopische Untersuchung 62

Sillimanit, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Sinteraluminium, Bestimmung des Aluminiumoxydgehaltes 295
Sinterhartmetalle, Untersuchung mit Hilfe von metallspezifischen Indicatoren 29
Solochrombrillantblau B zur Bestimmung von Beryllium 61
Solochromviolett R, Indicator bei der Bestimmung von Zirkonium 6
Sorbit, R_f-Wert 43; Trennung von Glucose 43
Spalisal, Bestimmung 391
Spaltprodukte, Untersuchung von in Spaltprodukten vorhandenen anorganischen Salzen 66
Spartein, R_f-Wert 311
Spasmolytica, amperometrische Bestimmung 391
Speisewürzen, Bestimmung von Aminosäuren 228
Spektralanalyse, Bogenlampe zur Emissionsspektralanalyse von Pulvern 436; Automatisches Rechenprogramm für die Auswertung emissionsspektographischer Meßwerte 436; Auswerteverfahren und Fehlerquellen 437; Untergrundkorrektur und Auswertung mit einem projizierbaren Graphikon 241; registrierende Analyse von Stahllösungen mit Mittelstiftelektroden 439; Bestimmung von Spurenelementen in Spektralkohlen 437; Pillen-Abfunkverfahren zur Auswertung nichtmetallischer Proben 438; Untersuchung von Schlacken mit einer Napfelektrode 438
Spektralkohlen, Bestimmung von Spuren von Verunreinigungen 437
Spektralphotometrie, Messung des p_H-Wertes während der Messung 119
Sphalerit, Bestimmung von Indium 144
Spuren, spektrographische Bestimmung in Spektralkohlen 437
Spurenelemente, Bestimmung in Silicatgesteinen 59; in Aluminiumchlorid 67; in Fasermaterialien 157; in Textilfaseraschen 157
„Square wave"-Polarographie, Theorie und Grundzüge 442
Stärke, Bestimmung des Dialdehydgehaltes von perjodatoxydierter Stärke 160
Stahl, spektralanalytische Untersuchung von Lösungen 439; röntgenfluorescenzspektrometrische Untersuchung 56; Bestimmung der Strömungsgeschwindigkeit des Sauerstoffs bei der Kohlenstoffbestimmung 57; Bestimmung von Blei 57; von Zirkonium 381; von Stickstoff und Kohlenstoff 381; von Phosphor 57, 382; von Mangan 382; von Nickel in legierten Stählen 359
Staub der Bleiproduktion, Bestimmung von Selen und Tellur 64
Staubteilchen, Nachweis von Halogeniden und Sulfat in atmosphärischen Staubteilchen 48
Stickstoff, Bestimmung in Titan und andern Metallen 379; in Titanlegierungen 379; in Titan und Stahl 381; des Gesamtstickstoffs im Boden 68; in Pyridinderivaten 292; von verschieden gebundenem Stickstoff in Boden- und Pflanzenproben 68; des Nitratstickstoffs in Pflanzen 215; Bestimmung in Blättern 215; Bestimmung von Reststickstoff im Serum 444; des Aminostickstoffs in hydrolysierten Phosphatiden 318; Bestimmung in Eiweiß 132; siehe auch Proteinstickstoff
Stickstoffhalogenide, Bestimmung quaternärer Stickstoffhalogenide 222
Stickstoffoxyde, Bestimmung von Distickstoffmonoxyd neben Kohlenwasserstoffen 120
Strontium, Farbreaktion 417, 447; Nachweis 282; Bestimmung in Gemischen mit Zink oder Cadmium 138; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Strophantin, Bestimmung 306
g-Strophantin, Bestimmung 306
Strychnal, Bestimmung neben Vitamin B_1 393
Strychnin, thermische Zersetzung von Derivaten 41; R_f-Werte 308
Strychninsäure, Bestimmung des Äthylbetains neben Vitamin B_1 393
Styphninsäure, Reaktion mit Antimalariamitteln 389
Succinylsulfathiazol, Bestimmung 394
Sulfacetamid, Titration 450
Sulfadiazin, Bestimmung 394
Sulfadimidin, Bestimmung 394
Sulfaguanidin, Bestimmung 394; Titration 450
Sulfamerazin, Bestimmung 395
Sulfamethylthiadiazol, Bestimmung 394
Sulfanilamid, Titration 450
Sulfapyridin, Bestimmung 395

Sulfat, Nachweis auf Papierchromatogrammen 149; komplexometrische Bestimmung 362; Mikrobestimmung mit 4-Amino-4′-chlordiphenyl 363; Bestimmung kleiner Mengen 149; Bestimmung bei Betriebsanalysen 150; Trennung von Tellurat 363; Nachweis in atmosphärischen Staubteilchen 48; Bestimmung in Wasser 424; in Kesselwasser 50; säurelöslicher Sulfate in Handelsabwässern 49; Einfluß auf die Bestimmung von Wismut 101
Sulfathiazol, Bestimmung 395
Sulfhydrylgruppen, Titration von Sulfhydrylgruppen enthaltenden Basen 390
Sulfide, gaschromatographische Trennung 121
Sulfidgruppen, Titration von sulfidgruppenhaltigen Basen 390
Sulfidische Erze, Bestimmung von Thallium 260; von Schwefel 60
Sulfidische Gruppen, Bestimmung in Fettsäuren 373
Sulfit, Bestimmung in Kesselwasser 50; Bestimmung von Schwefel 60
Sulfobromphthalein, Bestimmung im Serum 235
Sulfonamide, Titration mit Perchlorsäure 394; Bestimmung im Blutserum 236
Sulfone mit blockierter aromatischer Aminogruppe, Titration 394
Sulfonische Gruppen, Bestimmung in Fettsäuren 373
Sulfoxydische Gruppen, Bestimmung in Fettsäuren 373

Tabakmosaikvirus, kontinuierliche Papierelektrophorese 224
Tantal, Bestimmung neben Niob 16; Bestimmung in Niob 300
Tantal-Titan-Wolframcarbide, Untersuchung mit metallspezifischen Indicatoren 29
Tartrat, Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351
Tartrat-Metallkomplexe, chromatographische Untersuchung 81
Technetium, Abtrennung von bestrahltem Molybdän 365
Technische Produkte, Bestimmung von Nickel in Gegenwart von Kupfer 359
Teeröle, Analyse schwerer Teeröle 121
Tellur, Bestimmung durch Reduktion 459; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Stäuben der Bleiproduktion 64; in Textilfaseraschen 157
Tellur-Antimonlegierung, Bestimmung von Tellur 459
Tellurat, Trennung von Sulfat 363
Tellurit, Bestimmung mit Milchzucker 459
Terbium, Absorptionsspektrum 139
Terosole, zur Bestimmung von Eisen(II) neben Kobalt(II) 368
Terpen-Phenolharz, IR-Spektrum 223
Terpin, Bestimmung 40
Tetracain, Titration mit salpetriger Säure 391
Tetracalciumphosphat, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Tetracyline, Bestimmung 397, 398
Tetrametaphosphat, R_f-Werte 148
Tetraphenyloboratverfahren, colorimetrische Modifikation zur Bestimmung von Alkaloiden 310
Tetraphenyloborderivate von Aminen, thermische Zersetzung 40
Tetraphosphate, R_f-Werte 148
Textilfaseraschen, Spurenanalyse 157
Thallium, Bestimmung 128; spektralanalytische Bestimmung nach Verdampfung 251, 253, 257; Nachweis und Bestimmung kleinster Gehalte durch Verdampfungsanalyse 251; photometrische Bestimmung 268; Komplexometrische Bestimmung 456; Bestimmung mit Hydrochinonlösung 290; als Pikrat 146; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Bestimmung von Wismut 102; auf die Bestimmung von Palladium 103
Thallium(I), Bestimmung mit Dichromat 193
Thalliumchlorid, chronopotentiometrische Untersuchung 126
Thallium(I)-chlorid, Bestimmung 445
Thebain, R_f-Werte 308; Bestimmung 314; in Mohnkapseln 315
α-Thenaldehyd, Bestimmung 371
Theobromin, Fällung 317; Nachweis 317; Bestimmung 48
Theophyllin, Fällung 317; Nachweis 317; Bestimmung 48
Theophyllinmonohydrat, Titration 450
Thermowaage, einfache, selbstgebaute registrierende Thermowaage 133
Thiamin, Bestimmung 203
Thiaminphosphate, chromatographische Trennung an Ionenaustauschern 204
Thiaminphosphorsäureester, Bestimmung 203
Thiocarbamid, Titration 390

Thiocarbohydrazid zur Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 371
Thiocyanat, Titration mit Jodat 361; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; siehe auch Rhodanid
Thiodan, quantitative Bestimmung 278
Thioharnstoff, Bestimmung 130
Thiophen, Bestimmung in Rohbenzol 214
Thiosinamin, Titration 390
Thiosulfat, Titration mit Jodat 361; Bestimmung von Schwefel 60
Thorium, Fällung mit Arsinsäuren 132; mit 1-Hydroxy-3-methoxyxanthon 452; Thermolyse von Niederschlägen 140; Farbreaktion 417, 447; Lösungsmittel zur Trennung von Uran 288; amperometrische Bestimmung mit Beryllon II 286; radiometrische Bestimmung 209; komplexometrische Bestimmung mit Xylenolorange als Indicator 287; mit PAN als Indicator 452; Bestimmung mit Mercaptobenzthiazol 453; Bestimmung in Monaziten 208; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung der Seltenen Erden 296; von Uran-233 141
Thorium(IV)-salzlösungen, Farbreagens auf Tetracycline 397
Threonin, Charakterisierung 338
Thulium, Absorptionsspektrum 139
Thymol, Bestimmung 40
Tiere, elektrophoretische Eigenschaften des Blutserums wirbelloser Tiere 77
Tinctura belladonnae, Bestimmung von Atropin 311
Titan, Anreicherung von Spuren in der Analyse 55; colorimetrische Bestimmung mit 2,2,7-Trihydroxy-9-phenylfluoron 456; Bestimmung in Hüttenaluminium 245; in Silicaten 59; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Magnesium 378; von Quecksilber 284; von Stickstoff und Kohlenstoff 381; von Stickstoff, Sauerstoff und Wasserstoff 379; von Sauerstoff 378; von Mangan 379
Titan(III), Darstellung des Oxinkomplexes 281; Bestimmung mit Jodmonochlorid 460
Titanlegierungen, Bestimmung einiger Metalle und Gase 379; von Sauerstoff 378
Titan-Tantal-Wolframcarbide, Untersuchung mit metallspezifischen Indicatoren 29
Titan-Uran-Niob-Legierungen, Bestimmung von Niob 459
Titanverbindungen, Anreicherung von Spuren in der Analyse 55
Titrationen, Fluorescenzindicatoren bei Neutralisationstitrationen 447
Titrationsfehler und Indicatoren in der Chelatometrie 447
α-Tocopherol, Bestimmung in getrockneten Herzmuskelpräparaten 237
Toluidin, Charakterisierung 273; Trennung der 6-Mononitroderivate von o- und p-Toluidin 375
Toluidinblau zur Fällung von Mucopolysacchariden 234
Toluol, Siedepunkt und Retentionsverhältnis 402; Bestimmung von Halogenen 386
p-(p′-Tolylsulfonylamino)-phenyl-p-toluidin, Bestimmung in Kautschuk 217
Tonerde-Kalk-Silicate, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Trasentinhydrochlorid, Bestimmung in wäßrigen Lösungen 395
Triäthylamin, thermische Zersetzung von Derivaten 40
α,α′,α″-Triamindibenzyldiphenylmethanhexaessigsäure, als Komplexbildner 446
Tricalciumphosphat, infrarotspektroskopische Untersuchung 62
Trichloressigsäure, Abtrennung aus Gemischen 373
Trichlormethyl-Spartein, R_f-Wert 311
2,4,5-Trichlorphenoxyessigsäure, Thermolyse des Thoriumniederschlags 140
Trifluoracetylalanin, Trennung von Alanin 229
Trifluoracetylaminosäuren, Erkennung neben freien Aminosäuren 229
Trifluoracetylglycin, Trennung von Glycin 229
2,2,7-Trihydroxy-9-phenylfluoron zur Bestimmung von Titan 456
1,2,3,-Trimercaptopropan, Bestimmung 392
Trimetaphosphat, R_f-Werte 148
Trimethylamin, thermische Zersetzung von Derivaten 40; Bestimmung 146
Triphosphat, R_f-Werte 148
Tris-(o-hydroxyphenyl)-phosphinoxyd zur Bestimmung von Eisen(III) 368
Triterpensäuren, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 46
Trithiaminphosphorsäureester, Bestimmung 203

Tritium, Störungen bei der Bestimmung des Tritiumgehaltes organischer Substanzen 291
Trockenhefe, Bestimmung von Rohfett 220
Tropaalkaloide, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 310
Tryptophan, Charakterisierung 338
Tyramin, Bestimmung 390
Tyrosin, Charakterisierung 338; Bestimmung mit α-Nitroso-β-naphthol 41; Bestimmung in Plasma und Gewebe 228

Umbelliferon, Bestimmung 377
Ungesättigte funktionelle Gruppen, coulometrische Bestimmung 39
Ungesättigte Kohlenwasserstoffe, bromometrische Bestimmung in Gemischen 462
Untergrundkorrektur in der Spektralanalyse 241
Uran, Farbreaktion mit Arsenazo 454; radiometrische Bestimmung 209; Lösungsmittel zur Extraktion bei der Abtrennung von Thorium 288; Gerät zur Extraktion mit Äther 140; Extraktion als Oxin 141; Bestimmung von Uran-235 in natürlichem und angereichertem Uran 142; Bestimmung in Uran-Vanadiumgemischen 289; neben Eisen 288; neben Eisen und Vanadium 289; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Bestimmung von Mikrogrammengen Kupfer in reinstem Uran 348; der Seltenen Erden 296
Uran(VI), Fällung mit Arsinsäuren 132; Farbreaktion 417; Bestimmung 288; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103
Uran-233, Bestimmung in Thorium 141
Urankonzentrate, Bestimmung von Phosphat 209
Uranlösungen, Bestimmung von Phosphat 209
Uransalzlösungen, Untersuchung in organischen Lösungsmitteln 287
Uran-Titan-Niob-Legierungen, Bestimmung von Niob 459
Uran-Vanadiumgemische, Bestimmung von Uran 289
Urin, Bestimmung von Calcium und Magnesium 71; von Quecksilber 72; von Ketonkörpern 225; Isolierung und Trennung organischer Säuren 225; Nachweis von Glucose 233; Bestimmung von N^1-Methylnicotinamid 239; siehe auch Harn
Urinuntersuchungen, Vereinfachung serienmäßiger Untersuchungen 78
Urobilinogen, Nachweis im Urin 78
Urombral, Bestimmung 397
Uroporphyrine, Bestimmung 399; Trennung und Identifizierung 399
Urotropinlösungen Bestimmung von Formaldehyd 303
Urtitersubstanz, Verwendung von Zink-Ammoniumsulfat, Magnesiumacetat und Magnesiumsulfat als Urtitersubstanzen für ÄDTA-Lösungen 131

Valin, Charakterisierung 338
Vanadametrie, Anwendung 36, 195
Vanadat, Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Vanadium, Titration mit Silber(II)-Ionen 126; Bestimmung in Legierungen 299; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Titanlegierungen 379; in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; Bestimmung von Uran neben Vanadium 289
Vanadium(V), photometrische Titration 457; Störung bei der Zirkoniumbestimmung 9
Vanadium-Urangemische, Bestimmung von Uran 289
Vanillin, Farbreagens zur Bestimmung von Ketonkörpern in Blut und Urin 225
Vasculat, Bestimmung 397
Veratridin, oscillographische Charakterisierung 312
Veratrumaldehyd, Bestimmung 371
Veratrum-Alkaloide, oscillopolarographische Charakterisierung 312
Verdampfungsanalyse zur Erfassung geringster Stoffmengen 251
4-Vinyl-1,2-epoxycyclohexan, Identifizierung 377
Vitamin A, Nachweis in Milchprodukten 155
Vitamin B_1, Bestimmung der Thiaminphosphorsäureester 203; Bestimmung von Strychnal neben Vitamin B_1 393
Vitamin B_{12}, Bestimmung der Reinheit 204
Vitamin C, Bestimmung mit n-Bromsuccinimid 156
Vollblut, Bestimmung verschiedener Metalle 132

Waage, einfache, selbstgebaute registrierende Thermowaage 133
Wachs aus Petroleum bzw. Polyäthylen, IR-Spektrum 223
Wachse, Nachweis polycyclischer Aromaten in Kohlenwasserstoff-Wachsen 385
Waschaktivität, Bestimmung von Alkylbenzolsulfonaten 223
Wasser, Apparatur zur Bestimmung nach Karl Fischer 130; Verteilung von Metall-8-hydroxychinolinverbindungen zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 161; Bestimmung des Isotopenverhältnisses von Sauerstoff 49; von Kristallwasser mit Phosphorpentoxyd 449; Bestimmung in Kristallzucker 201; in raffinierten Zuckern 202; in Mineralien und Gesteinen 59; Bestimmung von Ionen und der Acidität in Kesselwasser 50; von Sulfat, Chlorid und Nitrat 424; siehe auch Abwasser sowie Feuchtigkeit
Wasserstoff, Bestimmung in Metallen 293; in Titan und anderen Metallen 379; in organischen Substanzen 292; in Koks 212
Wasserstoffperoxyd, Bestimmung kleiner Mengen 450
Whisky, Bestimmung von Alkohol 153
Wirbellose Tiere, elektrophoretische Eigenschaften des Blutserums 77
Wismut, Farbreaktion 417; Fällung mit Arsinsäuren 132; Reaktion mit 1,2-Cyclodecandioxim 131; Bestimmung 95; mit Bismuthiol I 100; Abtrennung 123; als Halogenkomplex 125; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Gußeisen 380; in Silicaten 59; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Thallium 259; von Eisenspuren 55
Wismut(III), Bestimmung 128
Wismutferrocyanid, potentiometrische Untersuchung 95
Wolfram, Bestimmung in zusammengesetzten Proben 29; Bestimmung in Gegenwart von Nickel 300; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351
Wolframat, Einfluß auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Wolfram-Chrom-Vanadium-Stahl, Bestimmung von Nickel in Gegenwart anderer Elemente 359
Wolframelektroden, Untersuchung mit Hilfe metallspezifischer Indicatoren 29
Wolframerze, Bestimmung von Molybdän 60
Wolframlegierungen, Untersuchung mit Hilfe metallspezifischer Indicatoren 29; Bestimmung von Kupfer, Nickel und Eisen 88
Wolframmetall, Untersuchung mit metallspezifischen Indicatoren 29
Wolframsäure, Bestimmung von Molybdän in Rohwolframsäure 60
Wolfram-Titan-Tantalcarbide, Untersuchung mit metallspezifischen Indicatoren 29

Xanthin, Bestimmung 48
Xantotoxin, Bestimmung 377
Xylenolorange, Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Thorium 287
Xylole, Retentionsverhältnisse und Siedepunkte 402
D-Xylose, R_f-Wert 43

Yohimbin, Bestimmung 315
Ytterbium, Absorptionsspektrum 139
Yttrium, Löslichkeit des ÄDTA-Komplexes 286; Fällung mit Arsinsäuren 132
Yttriumoxalat, thermische Zersetzung 139

Zemente, Bestimmung von freiem Kalk 63
Zigarettenrauch, chromatographische Untersuchung dampfflüchtiger Säuren 219
Zimtaldehyd, Bestimmung 371
Zincon, zur Bestimmung von Zink 283
Zink, Farbreaktion 417, 447; Fällung mit Arsinsäuren 132; Nachweis 418, 439; Bestimmung 135, 420; mit Fluorescenzindicatoren 285; mit Mercaptobenzthiazol 453; in Form des Cyanoferrats 137; mit Zincon 283; Bestimmung in Gemischen mit Magnesium, Strontium oder Barium 138; Bestimmung in Kupferlegierungen 51; in Messingproben 52; in Salzlösungen und Messing 52; in Hüttenaluminium 245; in Silicaten 59; in Kupfererzen 60; in Zinkerzen 60, 207; in Braunsteinproben 253; in Textilfaseraschen 157; in medizinischen und pharmazeutischen Stoffen 304; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Uran 351; auf die Zirkonium-

bestimmung 346; auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Sulfatbestimmung 150; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Beryllium neben Zink 185; von Quecksilber 284
Zinkblende, Bestimmung von Zink, Blei und Cadmium 60
Zinkerze, Bestimmung von Zink 207
Zinklegierungen, Bestimmung von Aluminium 54; von Indium 295
Zinkoxyd, Bestimmung von Thallium 258
Zinkstaub, Bestimmung von Thallium 259
Zinksulfatlösungen, Titration von Chlorionen 67
Zinn, Fällung mit Arsinsäuren 132; Abtrennung 123; Analyse eines Gemisches von metallischem Zinn, Zinn(II)- und Zinn(IV)-oxyd 64; Bestimmung in Obst- und Gemüsekonserven 154; in Kupferlegierungen 51; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Bestimmung in Titanlegierungen 379; in Silicaten 59; Nachweis in Braunsteinproben 253; Bestimmung in Textilfaseraschen 157; Einfluß auf die Kupferbestimmung im Uran 351; auf die Zirkoniumbestimmung 346; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249
Zinn(II), Störung bei der Zirkoniumbestimmung 9
Zinn(IV), Bestimmung von Quecksilber 284
Zinn(II)-chlorid, Bestimmung 445
Zinngruppe, papierelektrophoretische Trennung von der Kupfergruppe 123
Zinnlegierungen, Bestimmung von Blei 298
Zinnoxyde, Analyse eines Gemisches von Zinn, Zinn(II)- und Zinn(IV)-oxyd 64
Zinnphosphorsäurereagens zur Bestimmung von Schwefel in technischen Produkten 60
Zirkonium, Beiträge zur analytischen Chemie 6; Fällung mit Arsinsäuren 132; Farbreaktion 417; Nachweis 418; gravimetrische Bestimmung mit o-Phenylendihydroxydiessigsäure 11; mit m-Phenylendihydroxydiessigsäure 343; Bestimmung mit Brenzcatechinviolett 457; Bestimmung neben Hafnium 290; Nachweis in Aluminiumlegierungen 54; Schnellbestimmung im Stahl 380; Einfluß auf die Bestimmung von Wismut 101; auf die Bestimmung von Palladium 103, 249; Bestimmung von Sauerstoff 299
Zucker, quantitative Bestimmung auf Rundfilterchromatogrammen 42; Trennung von acetylierten Zuckern 122; Bestimmung in grünen Pflanzen und Früchten 321; in pharmazeutischen und chemischen Präparaten 304; Bestimmung von Wasser in Kristallzucker 201; von Wasser in raffinierten Zuckern 202
Zuckerhaltige Futtermittel, Bestimmung von Rohfett 220
Zuckersäure, R_f-Wert des Calciumsalzes 372
Zwischenprodukte, Bestimmung von Chrom 209